

Medición y especificaciones para propantes utilizados en operaciones de fractura hidráulica y *gravel- packing*

API STANDARD 19C
SEGUNDA EDICIÓN, AGOSTO 2018

**Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso
exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de
Arenas**

CONTENIDO

PÁG

1 ALCANCE	6
2 REFERENCIAS NORMATIVAS	6
3 ABREVIATURAS	6
4 PROCEDIMIENTO ESTÁNDAR DE MUESTREO DE PROPANTES	7
4.1 GENERAL	7
4.2 SEGREGACIÓN DE PARTÍCULAS	7
4.3 EQUIPAMIENTO	8
4.4 NUMERO DE MUESTRAS REQUERIDAS- <i>BULK</i>	11
4.5 MUESTREO-MATERIAL <i>BULK</i>	11
4.6 MUESTREO-MATERIAL EMBOLSADO	11
5 MANIPULACIÓN DE LA MUESTRA Y ALMACENAMIENTO	11
5.1 REDUCCIÓN DE LA MUESTRA	11
5.2 CUARTEO DE LA MUESTRA	11
5.3 MUESTRA, RETENCIÓN DE REGISTROS Y ALMACENAMIENTO	12
6 ANÁLISIS DE TAMIZ	12
6.1 PROPÓSITO	12
6.2 DESCRIPCIÓN	12
6.3 APARATOS Y MATERIALES	12
6.4 PROCEDIMIENTO	14
6.5 ESPECIFICACIONES-ANÁLISIS DE TAMIZ DE PROPANTES	14
6.6 CALIBRACIÓN DE TAMICES	19
7 ESFERICIDAD Y REDONDEZ DEL PROPANTE	22
7.1 PROPÓSITO	22
7.2 DESCRIPCIÓN	22
7.3 CAPACIDAD DE LOS APARATOS	23
7.4 PROCEDIMIENTO	23
7.5 MÉTODO ALTERNATIVO PARA DETERMINAR EL PROMEDIO DE ESFERICIDAD Y REDONDEZ	24
7.6 ESPECIFICACIONES-REDONDEZ Y ESFERICIDAD DEL PROPANTE	24
8 SOLUBILIDAD AL ÁCIDO	24
8.1 PROPÓSITO	24
8.2 DESCRIPCIÓN	24
8.3 APARATOS Y MATERIALES	25
8.4 PROCEDIMIENTO	26
8.5 ESPECIFICACIONES-SOLUBILIDAD AL ÁCIDO	27

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

9 TURBIDEZ.	28
9.1 PROPÓSITO.	28
9.2 DESCRIPCIÓN.	28
9.3 APARATOS Y MATERIALES.	28
9.4 CALIBRACIÓN DE LOS APARATOS.	29
9.5 PROCEDIMIENTO-MEDICIONES DE TURBIDEZ.	29
9.6 ESPECIFICACIÓN-TURBIDEZ.	29
10 PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD BULK, DENSIDAD APARENTE Y DENSIDAD ABSOLUTA	29
10.1 PROPÓSITO.	29
10.2 DESCRIPCIÓN.	29
10.3 DENSIDAD <i>BULK</i> (PBULK)	29
10.4 DENSIDAD APARENTE (PAP)	34
10.5 DENSIDAD ABSOLUTA (PABS)	36
11 RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DEL PROPANTE- <i>CRUSH TEST</i>.	37
11.1 PROPÓSITO.	37
11.2 DESCRIPCIÓN.	37
11.3 APARATOS.	37
11.4 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.	42
11.5 ENSAMBLAJE Y MONTAJE DE LA CELDA DE CRUSH Y DEL DISPOSITIVO DE CARGA (<i>PLUVIATOR</i>).	43
11.6 PROCEDIMIENTO-ENSAYO DE RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (<i>CRUSH TEST</i>).	45
11.7 ESPECIFICACIÓN-RESISTENCIA DE PROPANTES DE FRACTURA AL <i>CRUSH</i> .	47
11.8 ESPECIFICACIÓN-RESISTENCIA DE PROPANTES <i>GRAVEL-PACKING</i> AL <i>CRUSH</i> .	48
12 PÉRDIDA POR IGNICIÓN (LOI) DE LA TOTALIDAD DE LOS GRANOS DEL PROPANTE	49
12.1 PROPÓSITO.	49
12.2 APARATOS Y MATERIALES.	49
12.3 PROCEDIMIENTO.	50
ANEXO A (INFORMATIVO) ASTM E11 TABLA DE TAMIZ	52
BIBLIOGRAFÍA	55
FIGURAS	
1 DISPOSITIVO DE MUESTREO TIPO CAJA TÍPICO	8
2 REDUCTOR DE MUESTRA 16:1 TÍPICO.	9
3 CUARTEADOR DE MUESTRA TÍPICO	10
4 MÉTODO GRÁFICO PARA LA DETERMINACIÓN DEL DIÁMETRO MEDIO.	19
5 CARTA PARA LA ESTIMACIÓN VISUAL DE LA ESFERICIDAD Y LA REDONDEZ.	23
6 DISPOSITIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD <i>BULK</i>	31
7 DISEÑO DE LA CELDA <i>CRUSH</i> .	39

8 VISTA DEL ENSAMBLE DEL <i>PLUVIATOR</i>	40
9 VISTA EXPANDIDA DEL <i>PLUVIATOR</i>	41
10 VISTA DIMENSIONAL DEL <i>PLUVIATOR</i>	42

TABLAS

1 TAMAÑOS DE TAMICES DE ENSAYO ASTM	13
2 EJEMPLO DE ANÁLISIS DE TAMIZ Y CÁLCULOS (PROPANTE DE FRACTURA 16/30)	16
3 EJEMPLO DE CÁLCULO DEL DIÁMETRO MEDIO (PROPANTE DE FRACTURA 16/30)	18
4 EJEMPLO DE CÁLCULO DE LA DIFERENCIA ABSOLUTA RELATIVA.....	22
5 MAGNIFICACIÓN SUGERIDA	24
6 SOLUBILIDAD AL ÁCIDO MÁXIMA PARA PROPANTES.....	28
7 DENSIDAD DEL AGUA A VARIAS TEMPERATURAS.	33
8 DISPOSITIVO DE CARGA DE CELDA (<i>PLUVIATOR</i>), PARTES Y ACCESORIOS.	40
9 TAMAÑOS DE MALLA UTILIZADOS EN EL <i>PLUVIATOR</i>	44
10 LINEAMIENTOS PARA EL ENSAYO DE PROPANTES DE VARIOS TIPOS.	46
11 TABLA DE CLASIFICACIÓN DE 10 % DE <i>CRUSH</i> PARA PROPANTES DE FRACTURA.	48
12 FINOS MÁXIMOS PARA PROPANTES <i>GRAVEL-PACKING</i>	49

Introducción

Los procedimientos presentados en este documento han sido desarrollados para mejorar la calidad de los propantes bombeados al pozo. Se utilizan para la evaluación de ciertas propiedades físicas utilizadas en operaciones de fractura hidráulica y *gravel-packing*. Estos ensayos deben permitir a los usuarios la comparación de las características físicas de varios propantes testeados bajo las condiciones descritas y seleccionar materiales útiles para las operaciones de fractura hidráulica y *gravel-packing*. Cada sección contiene especificaciones de los propantes y reemplazan a la API 19C, primera edición.

Los procedimientos presentados en este documento no intentan inhibir el desarrollo de nueva tecnología, las mejoras en el material y las mejoras en los procedimientos operacionales. Análisis de ingeniería calificada y buen juicio son requeridos para su aplicación ante una situación específica.

Al igual que con cualquier procedimiento de laboratorio que requiera el uso de productos químicos y equipamientos potencialmente peligrosos, se espera que el usuario haya recibido entrenamiento apropiado y conocimientos en el uso y disposición final de estos materiales potencialmente peligrosos. El usuario es responsable de este cumplimiento junto con todos los requerimientos aplicables locales, regionales y nacionales para el trabajador y la salud local, la seguridad y la responsabilidad ambiental.

Este documento utiliza un formato para números que siguen los ejemplos dados en el documento API Manual de Formato y Estilo, primera edición, junio 2007 (Editorial Revision, enero de 2009). Este formato numérico es diferente al que se utilizó en API 19C, segunda edición. En este documento, la marca decimal es un punto y separa la parte fraccionaria de un número. No se utilizan espacios en el formato numérico. El separador de miles es una coma y se utiliza sólo para números mayores a 10,000, por ejemplo: 5000 ítems, 12,500 bolsas.

En este documento, donde sea práctico, las unidades habituales de EE. UU están incluidas en paréntesis para su información.

Las unidades no necesariamente representan una conversión directa de unidades métricas (SI) a unidades habituales de EE. UU, o de unidades habituales de EE. UU al sistema métrico (SI). Se ha dado consideración a la precisión del instrumento que realiza la medición. También se ha considerado la naturaleza de la medición, determinando si es crítica o simplemente informativa. El documento fue originalmente basado en API RP 56, API RP 58, y API RP 60, los cuales ya no están en efecto.

Medición y especificaciones para propantes utilizados en operaciones de fractura hidráulica y *gravel-packing*

1 Alcance

Este documento provee especificaciones y procedimientos de ensayos estandarizados para la evaluación de propantes utilizados en operaciones de fractura hidráulica y *gravel-packing*.

El objetivo de este documento es proveer especificaciones y una metodología consistente para el testeado realizado en propantes de fractura hidráulica y/o *gravel-packing*. Las metodologías y especificaciones (donde corresponda) están provistas para:

- análisis de tamiz y determinación del diámetro medio;
- esfericidad y redondez;
- solubilidad al ácido;
- turbidez;
- densidad *bulk*, densidad aparente y densidad absoluta;
- resistencia a la compresión- *crush*;
- pérdida por ignición.

La designación del tamaño de propante es según el estándar de la industria. Está basado en la determinación del tamaño máximo y mínimo por el análisis de tamiz y número de tamiz ASTM ¹ (y no según la apertura estándar expresada en micrómetros).

Los propantes en este documento son arena, cerámicos, propantes resinados, *gravel-packing* y otros similares utilizados para operaciones de fractura hidráulica y *gravel-packing*.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos referenciados son indispensables para la aplicación de este documento. Para referencia fechada, solo las ediciones citadas aplican. Para referencia no fechada, la última edición del documento referenciado (incluyendo cualquier corrección) aplica.

ASTM E11, *Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves* (Especificación estándar para mallas de tamiz y tamices de ensayo).

3 Abreviaturas

ANSI ² *American National Standards Institute* (Instituto Americano de Estándares Nacionales).

API *American Petroleum Institute* (Instituto Americano del Petróleo).

¹ ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, www.astm.org

² ANSI (Operations), 25 West 43rd Street, 4th Floor, New York, NY 10036, www.ansi.org

ASTM *American Society for Testing and Materials* (Asociación Americana para Testeos y Materiales).

FTU *Formazin turbidity unit* (Unidad de Turbidez de Formacina).

LOI *loss on ignition* (Pérdida Por Ignición).

NTU *nephelometric turbidity unit* (Unidad de Turbidez Nefelométrica).

4 Procedimiento estándar de muestreo de propantes

4.1 General

Antes de que cualquier muestra sea tomada, considerar que ensayos se realizarán; cada ensayo requerirá diferentes volúmenes. Es importante que ambos, el proveedor y el cliente, obtengan la mejor muestra representativa posible. A menos que la muestra sea verdaderamente representativa de la totalidad de un cargamento o contenedor, el testeo y la correlación con especificaciones/ estándares es difícil. Es improbable que los métodos de muestreo/ testeo en el campo dupliquen el sistema del productor. Los procedimientos estándar incluidos en este documento asisten en la obtención de muestras representativas; de todas maneras, hay variantes inherentes asociadas al muestreo, equipamiento de ensayo y procedimientos que pueden conducir a resultados inconsistentes. Una muestra que es representativa de un camión cargado, 23,000 kg (50,700 lb), o la carga de un vagón, 90,000 kg (198,000 lb), puede ser el origen inicial de variaciones amplias cuando se hacen comparaciones. Todas las partes deben asegurar muestras uniformes. El cliente y el proveedor deben acordar los métodos y técnicas de muestreo y ensayo.

Para lograr la mejor representación, el muestreo continuo es ideal. Aunque muchos proveedores de propantes utilizan muestreadores automatizados, es usualmente poco práctico en el lugar de trabajo. Si el muestreo es realizado durante la descarga de un contenedor o en el pozo, las consideraciones en cuanto al número y frecuencia de muestreo deben ser dadas.

Si los contenedores son llenados a partir de una corriente fluida de material propante, los procedimientos de muestreo de acuerdo a 4.5 deben ser aplicados. Si los contenedores son llenados utilizando material propante embolsado, los procedimientos de muestreo descriptos en 4.6 deben ser aplicados.

4.2 Segregación de partículas

Es importante tener un entendimiento básico de la segregación al tomar muestras de propante. Dependiendo del tamaño, forma, distribución y mecanismos involucrados, es usual una cierta cantidad de error o variabilidad asociada al muestreo debido a la segregación. Los procedimientos de muestreo aquí descriptos son el resultado de muchas experiencias y están designados para minimizar el efecto de la segregación por tamaño de partículas.

Las partículas, tanto como los propantes, encontrarán naturalmente el camino de menor resistencia cuando un movimiento o una fuerza es aplicada. Durante la transferencia o el movimiento, las partículas de diferente tamaño y masa naturalmente se separarán o segregarán. El grado de segregación depende del mecanismo involucrado en la transferencia o el movimiento.

Existen numerosas fuerzas, como la gravedad, actuando en una corriente de partículas que fluyen. Dentro de una corriente en movimiento, las partículas finas caen a través de los vacíos o huecos y las partículas gruesas se mueven hacia afuera. Las partículas finas migran y usualmente descansan cerca del área donde aterrizan. Las partículas pesadas y gruesas rebotan o ruedan más lejos, estratificando el material según el tamaño de partícula.

4.3 Equipamiento

El siguiente equipamiento debe ser utilizado para recopilar muestras representativas de material propante.

4.3.1 Dispositivo de muestreo

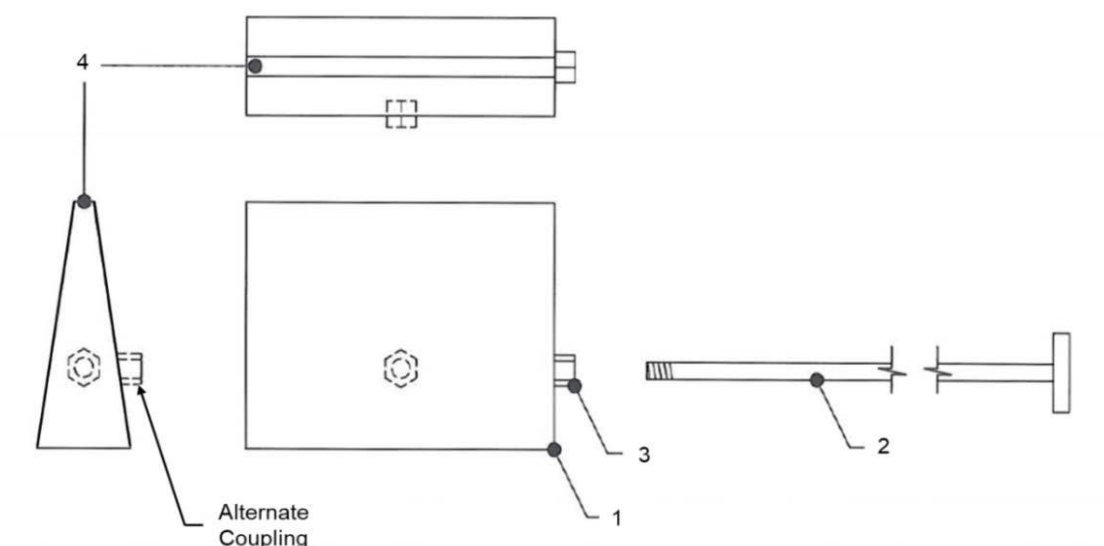
Con una apertura mínima de la ranura de seis veces el diámetro de la mayor partícula muestreada.

Por ejemplo, un propante de fractura 12/20 puede contener partículas tan grandes como 2.36 mm, el tamaño de la apertura de un tamiz No. 8 (ASTM 2.36 mm).

La apertura mínima de la ranura está definida como:

$$6 \times 2.36 \text{ mm} = 14.2 \text{ mm o } 0.557 \text{ pulgadas.}$$

La longitud de la ranura debe ser mayor que el espesor de la corriente que está siendo muestreada. El volumen del muestreador debe ser lo suficientemente grande como para que no se desborde cuando pasa a través de toda la corriente. Un ejemplo de dispositivo de muestreo se expone en la Figura 1.



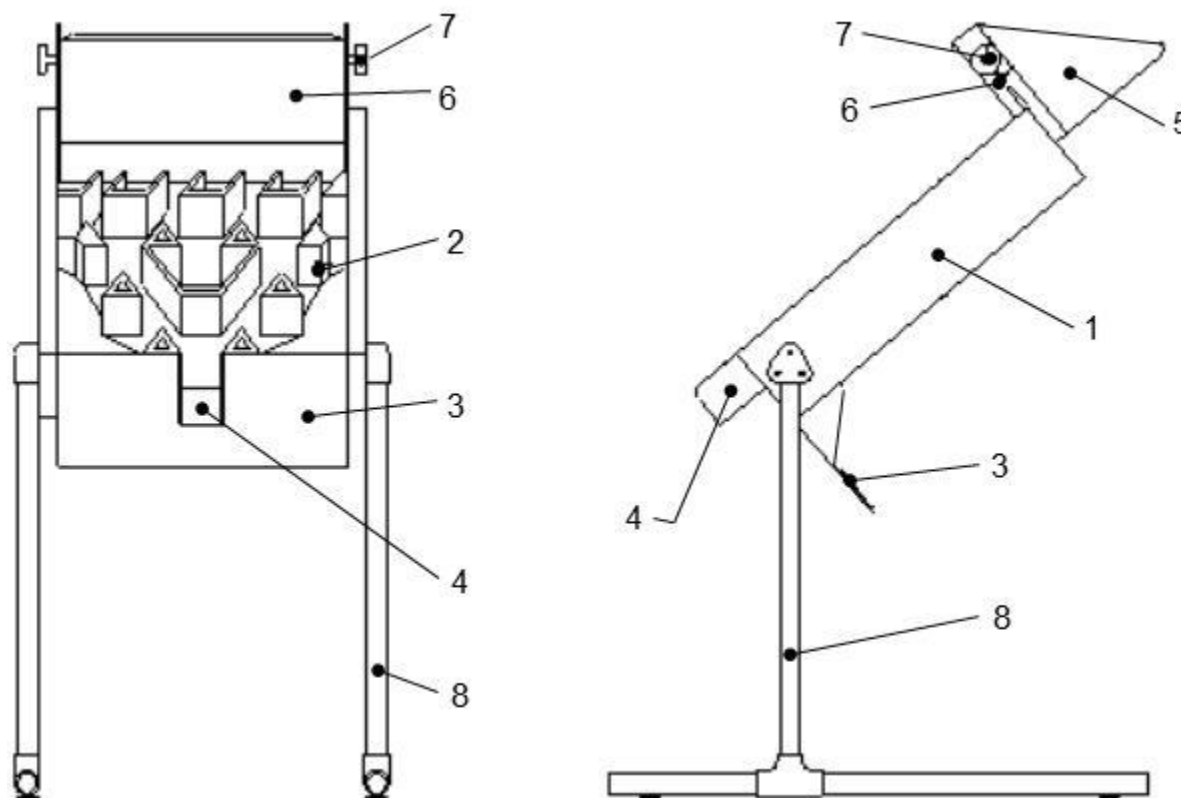
Referencias

- 1 Cuerpo del muestreador: aluminio; 160 mm x 210 mm x 65 mm (6.25 pulgadas x 8.25 pulgadas x 2.5 pulgadas)
- 2 Mango: comúnmente un tubo redondo con la fuerza suficiente para soportar el muestreador más aproximadamente 1.6 kg (3.5 lb) de propante; longitud según sea necesario.
- 3 Acoplamiento para el mango (dos ubicaciones)
- 4 Apertura para la muestra: 15 mm (0.6 pulgadas)

Figura 1— Dispositivo de muestreo tipo caja típico

4.3.2 Reductor de muestra (16:1)

De un tamaño apropiado para el manejo de muestras de gran tamaño y la reducción del material a 1/16 partes de la masa original. Ver Figura 2.



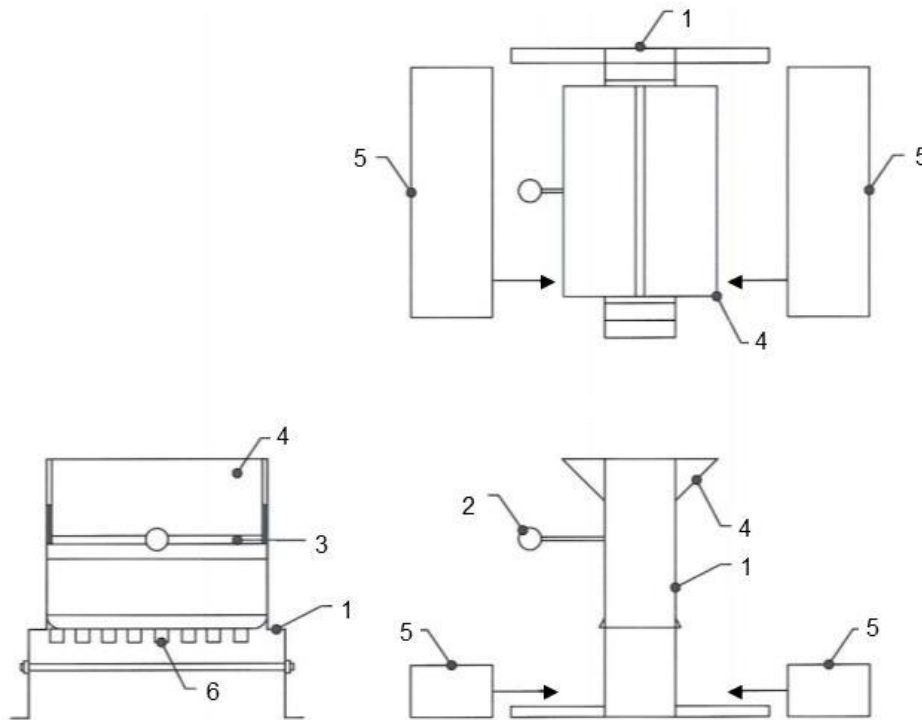
Referencias

- 1 Cuerpo principal: 370 mm x 480 mm x 110 mm (14.5 pulgadas x 19 pulgadas x 4.5 pulgadas)
- 2 Placa divisora: ocho posiciones, 51 mm x 51 mm x 51 mm (2 pulgadas x 2 pulgadas x 2 pulgadas)
- 3 Placa de descarga: 370 mm x 300 mm x 3.2 mm (14.5 pulgadas x 12 pulgadas x 0.125 pulgadas)
- 4 Canal de descarga: 57 mm x 57 mm x 76 mm (2.25 pulgadas x 2.25 pulgadas x 3 pulgadas)
- 5 Tolva: 370 mm x 240 mm x 150 mm (14.5 pulgadas x 9.5 pulgadas x 6 pulgadas)
- 6 Puerta: 370 mm x 190 mm x 3.5 mm (14.5 pulgadas x 7.5 pulgadas x 0.125 pulgadas)
- 7 Perilla de mano: diámetro 38 mm (1.5 pulgadas)
- 8 Soporte base: 710 mm x 380 mm x 690 mm (28 pulgadas x 15 pulgadas x 27 pulgadas)

Figura 2— Reductor de muestra 16:1 típico

4.3.3 Cuarteador

De tamaño adecuado.



Referencias

- 1 Cuerpo principal: 290 mm x 280 mm x 165 mm (11.5 pulgadas x 11 pulgadas x 6.5 pulgadas)
- 2 Mango
- 3 Placa de la puerta
- 4 Tolva
- 5 Bandeja
- 6 Canales: 16 posiciones, 15 mm (0.6 pulgadas)

Figura 3—Cuarteador de muestra típico

4.4 Número de muestras requeridas —*Bulk*

4.4.1 Propantes para Fractura Hidráulica

Un mínimo de una muestra por 9000 kg (20,000 lb), o fracción de este, debe ser obtenida. Todas las muestras por contenedor *bulk* deben ser combinadas y ensayadas.

4.4.2 Propante *Gravel-packing*

Un mínimo de una muestra por 4500 kg (10,000 lb), pero no menos que dos muestras por tarea deben ser obtenidas, combinadas y ensayadas.

4.5 Muestreo— Material *bulk*

Todas las muestras deben ser obtenidas de una corriente fluida de propante con un muestreador manual o automático. Las muestras no deben ser tomadas de una pila estática. El dispositivo de muestreo debe ser utilizado de forma perpendicular al flujo de corriente de propante. El muestreador debe ser atravesado a una velocidad uniforme de lado a lado a través de la totalidad del espesor de la corriente de propante en movimiento. Esto debe ser realizado a medida que el material se mueve hacia o desde una cinta transportadora a un *blender*, camión, vagón o contenedor. Se debe permitir que aproximadamente 2000 kg (4400 lb) de material propante fluya primero, antes de tomar la primera muestra. El número de muestras tomadas debe cumplir con 4.4. Durante el muestreo, el receptáculo de muestreo debe ser pasado completamente a través de la corriente de propante en movimiento en un breve intervalo de tiempo para muestrear la totalidad de la corriente con cada pasada. Bajo ninguna circunstancia se debe permitir que el receptáculo de muestreo rebalse.

4.6 Muestreo—Material embolsado

4.6.1 Bolsones de hasta 50 kg (110 lb)

Únicamente deben utilizarse los bolsones completos para el muestreo de materiales propantes.

4.6.2 Bolsones de hasta 2000 kg (4400 lb)

A menos que el producto pueda ser muestreado en un estado de flujo libre, la muestra de los bolsones grandes presenta los mismos problemas que las pilas estáticas. Seguir la misma frecuencia de muestreo que se describió en 4.4, utilizando el método de muestreo descrito en 4.5, pero dejar que se descarguen aproximadamente 50 kg (110 lb) del bolsón antes del muestreo.

5 Manipulación de la muestra y almacenamiento

5.1 Reducción de la muestra

Colocar los contenidos de las muestras de propante combinadas, o un bolsón completo de 50 kg (110 lb), en el reductor de muestra 16:1 (ver Figura 2) o equivalente. Obtener una muestra reducida de aproximadamente 1/16 de la masa original del contenido total del bolsón, típicamente 3 kg (6.6 lb).

5.2 Cuarteo de la muestra

Una reductor de muestra de tamaño apropiado y un cuarteador deben ser utilizados para preparar muestras representativas para los ensayos. Colocar la muestra reducida, obtenida de acuerdo con 5.1, o la muestra obtenida durante las operaciones de carga del material suelto (referido a 4.5) en el cuarteador (ver Figura 3) o equivalente. Cuartear la muestra hasta la cantidad deseada para permitir pruebas de rendimiento como se especifican en este documento.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

5.3 Muestra, retención de registros y almacenamiento

El proveedor de propantes debe mantener los registros de todos los ensayos realizados en cada cargamento por un mínimo de un año. Las muestras físicas de una cantidad suficiente para realizar todos los ensayos recomendados aquí, pero en ningún caso menos de 0.25 kg (0.5 lb), debe ser almacenada por un mínimo de seis meses. Cualquier material subsecuentemente tomado para ensayo debe ser cuarteado de la muestra retenida. Las muestras deben estar selladas en un tipo de contenedor que sea suficiente para proteger la muestra de la contaminación y la humedad. Las muestras deben ser almacenadas en un lugar frío y seco.

6 Análisis de tamiz

6.1 Propósito

El propósito de esta sección es proveer especificaciones para el reconocimiento de tamaños de propante y establecer un procedimiento estandarizado que asegure una metodología consistente para el análisis de tamiz.

6.2 Descripción

El procedimiento y equipamiento descrito desde 6.3 hasta 6.6 es el más ampliamente utilizado en la industria de fracturas hidráulicas y *gravel-packing*. Métodos alternativos pueden ser utilizados, pero deben ser correlacionados con estos métodos estándar.

6.3 Aparatos y materiales

6.3.1 Conjuntos de tamices (dos)

En cumplimiento con los requerimientos de ASTM Series de tamiz, diámetro de 200 mm (8 pulgadas) o equivalente.

Un conjunto es un set de trabajo y el otro es un set maestro o de calibración para ser utilizado sólo en la calibración o estandarización. Ambos conjuntos de tamices están definidos por ASTM E11.

NOTA Para propósitos informativos, un fragmento de E11 está incluido en este documento como Anexo A.

Tabla 1- Tamaño de tamices de ensayo ASTM

Sieve-opening Sizes µm											
	3350/ 1700	2360/ 1180	1700/ 1000	1700/ 850	1180/ 850	1180/ 600	850/ 425	600/ 300	425/ 250	425/ 212	212/ 106
Typical Proppant/Gravel-pack Size Designations											
	6/12	8/16	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/60	40/70	70/140
Stack of ASTM Sieves ^{a,b}											
Upper designating sieve in bold type	4	6	8	8	12	12	16	20	30	30	50
	6	8	12	12	16	16	20	30	40	40	70
	8	10	14	14	18	18	25	35	45	45	80
Lower designating sieve in bold type	10	12	16	16	20	20	30	40	50	50	100
	12	14	18	18	25	25	35	45	60	60	120
	14	16	20	20	30	30	40	50	70	70	140
	16	20	30	30	40	40	50	70	100	100	200
	pan	pan	pan	pan	pan	pan	pan	pan	pan	pan	pan
^a Sieve series as defined in ASTM E11 (U.S. Alternative designation); refer to Annex A for opening size in µm. ^b Test sieve stacked in order from top to bottom, largest opening on top.											

6.3.2 Tamizadora

Para proveer una acción simultánea de movimiento giratorio y golpeteo y aceptar los tamices especificados en la Tabla 1.

Para mitigar el efecto de carga estática, el conjunto de tamices debe estar puesto a tierra. La tamizadora predilecta deberá tener las siguientes características de desempeño:

- Oscilaciones por minuto: 278 ± 10 .
- Desplazamiento de la oscilación 28.6 ± 11.1 mm (1.125 pulgada ± 0.4375 pulgada).
- Golpes por minuto: 150 ± 10 .
- Altura de la tapa: 33.3 ± 1.6 mm (1.3125 pulgadas ± 0.0625 pulgadas).
- Peso del martillo: 2.44 kg (5.38 lb).
- Precisión del temporizador: ± 5 segundos en un intervalo de 10 minutos.

6.3.3 Balanza

Capacidad mínima de 100 g con precisión de 0.01 g o mayor.

6.3.4 Cepillos

De nylon o equivalentes.

6.4 Procedimiento

6.4.1 Apilar un mínimo de siete tamices, calibrados, más una bandeja y una tapa, en orden decreciente de apertura de malla desde el tope a la base. La Tabla 1 establece tamaños de tamiz para utilizar en ensayos según el tamaño del propante. Esta tabla debe ser utilizada como una guía y no intenta descartar el uso de otros tamices que están o podrían estar disponibles.

6.4.2 Pesar cada tamiz limpio y registrar la masa.

6.4.3 Utilizar una muestra cuarteada de 100 g $\pm$ 20 g, obtener una medida precisa de esta masa inicial, m_{init} , y registrarla al 0.01 g más cercano.

6.4.4 Verter la muestra cuarteada y pesada sobre el primer tamiz. Disponer el conjunto de tamices más la bandeja y la tapa en la tamizadora y tamizar durante 10 minutos $\pm$ 5 segundos.

6.4.5 Retirar el conjunto de la tamizadora.

6.4.6 Pesar cada tamiz con la arena retenida en ellos. Invertir los tamices y remover el propante cepillándolos cuidadosamente para asegurar que los granos no queden adheridos a la malla. Calcular la masa retenida, restando la masa del tamiz vacío a la masa del tamiz más el propante. Registrar la masa del propante retenido en cada uno de los tamices y en la bandeja, m_i .

6.4.7 La masa acumulada debe encontrarse dentro del 0.5% de la masa inicial de la muestra, m_{init} , utilizada en el ensayo. Si no es así, el análisis de tamices debe ser repetido utilizando una muestra diferente.

6.4.8 Calcular el porcentaje de masa o frecuencia, n_i , del total de propante retenido en cada tamiz y en la bandeja utilizando la Ecuación (1):

$$n_i = 100 \times \frac{m_i}{\sum m_i} \quad (1)$$

Donde:

m_i es la masa medida de propante retenida en el tamiz de interés, expresada en gramos.

$\sum m_i$ es la suma de cada una de las masas medidas, retenidas en los tamices y la bandeja, expresada en gramos.

6.5 Especificaciones – Análisis de tamiz de propantes

6.5.1 Tamaños de propantes de fractura

Un mínimo de 90.0% de la muestra de propante testeada debe pasar a través del tamiz más grueso designado y ser retenido por el tamiz más fino designado, por ejemplo 12/20, 20/40, 40/70. No más de 0.1% del total de la muestra de propante testeada debe ser mayor que el primer tamiz del conjunto especificado en la Tabla 1 y no más que 1.0% del total de la muestra de propante testeada debe ser retenida en la bandeja. Por ejemplo, una muestra de propante 20/40 debe tener no más de 0.1% de la muestra total de propante testeada retenida en el tamiz n° 16 y no más de 1.0% de la muestra de propante testeada debe quedar retenida en la bandeja. El diámetro, d_{50} , y la distribución de los tamaños de partícula de cada grado deben estar disponibles.

6.5.2 Tamaños de propante *Gravel-packing*

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

Un mínimo de 96.0% de la muestra de propante testeada debe atravesar el tamiz más grueso designado y debe quedar retenida en el tamiz más fino designado, por ejemplo 12/20, 20/40, 40/60. No más de 0.1% del total de la muestra de propante testeado debe ser mayor que el primer tamiz del conjunto, especificado en la Tabla 1 y no más del 1.0% del total de propante testeado debe ser más pequeño que el último tamiz designado. Por ejemplo, una muestra de propante 20/40 debe tener no más de 0.1% del total de la muestra testeada retenido en el tamiz n° 16 y no más de 1.0% del total de la muestra testeada debe quedar retenido en la bandeja. El diámetro, d_{50} , y la distribución de los tamaños de partícula de cada grado deben estar disponibles.

6.5.3 Ejemplo de análisis de tamiz y cálculos

En la Tabla 2, la primera columna es un listado de números de tamices usados para ensayar una muestra de arena 16/30. Los números y etiquetas están obtenidos directamente de la Tabla 1.

- La columna 2 representa la posición de cada tamiz en el conjunto antes de que empiece el ensayo. El tamiz de apertura de malla mayor (número de tamiz pequeño) se encuentra arriba del conjunto, posición 1, con los otros tamices por debajo en secuencia: desde el número de tamiz más pequeño al número de tamiz más grande hacia abajo, luego la bandeja al final, en posición 8.
- La columna 3 es la especificación listada al lado de los respectivos tamices o etiquetas.
- La columna 4 muestra la masa de propante retenida en cada uno de los tamices y en la bandeja.
- La columna 5 muestra el resultado del cálculo de peso en porcentaje retenido por cada uno de los tamices y la bandeja.
- La columna 6 muestra los números correspondientes al porcentaje retenido acumulado.

Tabla 2—Ejemplo de análisis de tamiz y cálculos (propante de fractura 16/30)

ASTM Sieve Series U.S. Alternative Sieve Number (opening size)	Sieve in Stack Position <i>i</i>	Specification % by mass	Mass Retained <i>m_i</i> g	Mass Retained or Frequency <i>n_i</i> % by mass	Cumulative Mass Retained % by mass
12 (1.7 mm)	1 (top)	≤ 0.1	0.00	0.0	0.0
16 (1.18 mm)	2		1.20	1.19	1.2
18 (1.0 mm)	3	≥ 90.0	37.90	37.63	38.8
20 (850 μm)	4		48.70	48.36	87.2
25 (710 μm)	5		11.90	11.82	99.0
30 (600 μm)	6		0.30	0.30	99.3
40 (425 μm)	7	≥ 1.0	0.20	0.20	99.5
Pan	8 (bottom)		0.50	0.50	100.0
Total			100.70	100.0	
Initial Mass, <i>m_{init}</i> , g		80 to 120 g	100.50		
Difference		≤ 0.5	−0.20		
In-size		≥ 90.0			

Las filas finales de la Tabla 2, que empiezan con la etiqueta “total”, son cálculos variados utilizados para evaluar los resultados del análisis de tamiz. Es útil para el observador que los resultados relacionados con cada una de las cinco especificaciones para el análisis de tamiz estén en negrita y con bordes de celda en negrita.

- La primera especificación es la masa inicial de la muestra y está registrada en la columna 4, enfrente de la leyenda “Initial Mass (masa inicial), m_{init} , g.”
- La segunda especificación es la diferencia entre la masa inicial de la muestra, m_{init} , y la suma de todas las masas retenidas, y está registrada en la columna 5 enfrente de la leyenda “Difference (diferencia).” El número negativo -0.2% está dentro de especificación e indica que una pequeña cantidad de propante fue incorporado del material conservado en los tamices o herramientas manuales la última vez que fueron utilizados.
- La tercera especificación es la cantidad de material retenido en el tamiz superior y se registra en la columna 5, enfrente del tamiz n°12. Notar que 0.0% es menor que 0.1% y se encuentra dentro de especificación.
- La cuarta especificación es la masa de propante retenida en la bandeja y está registrada en la columna 5, enfrente de la leyenda “Pan (bandeja)”. Notar que 0.5% es menor que 1.0% y se encuentra dentro de especificación.
- La quinta y última especificación es la masa de propante considerada a estar “dentro de tamaño”. En este caso, la masa acumulada de propante que pasó a través del tamiz No. 16 y quedó retenida en el tamiz No. 30 es calculada y registrada en la columna 5, enfrente de la leyenda “In-size (en tamaño)”. Notar que 98.1% es superior que 90% y se encuentra dentro de especificación.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

Dado que cada uno de los cinco ítems de especificaciones pasa las limitaciones requeridas por esta sección, la muestra de arena 16/30 posee las propiedades de un propante de fractura 16/30 aceptable en lo que respecta a la distribución del tamaño de partícula.

6.5.4 Diámetro medio del propante, d_{50}

El diámetro medio, d_{50} , es utilizado para caracterizar la distribución de tamaño del propante para fracturas hidráulicas y *gravel-packing* y está derivado de la caracterización del tamaño de partícula o análisis de tamiz descripto en 6.4 y es reportada en conjunto con dicho análisis.

En *gravel-packing*, el diámetro medio, d_{50} , el percentil 50° de masa, es comúnmente utilizado para evaluar la idoneidad de la grava para retener arena de formación. En fracturas hidráulicas, este mismo valor es utilizado para predecir el comportamiento a largo plazo de la conductividad, además de otras propiedades directamente relacionadas con la capacidad de flujo demostrable o productividad potencial del pozo. Ambas disciplinas calculan el número de la siguiente manera:

6.5.4.1 Cálculo de Diámetro Medio, d_{50}

El análisis de tamiz obtenido en 6.4 y demostrado en la Tabla 2 es repetido en las columnas 1, 5 y 6 del propante 16/30 en la Tabla 3, para mayor claridad. El porcentaje acumulado del material retenido por todos los tamices y la bandeja debe ser 100%. Referido a la Tabla 3, columna 6.

El diámetro medio es calculado utilizando una variable denominada phi, Φ_i , calculada en la columna 7 de la Tabla 3, utilizando la Ecuación (2), como la mitad de la diferencia en el logaritmo negativo (base 2) de los tamaños de apertura del tamiz de interés y el tamiz antecesor multiplicado por la frecuencia de esa fracción.

$$\Phi_i = -1/2 \times \log_2(O_{i-1}) + \log_2(O_i) \times n_i \quad (2)$$

Donde

O_i es el tamaño de apertura del tamiz de interés, expresado en milímetros.

n_i es la masa relativa o frecuencia de ocurrencia, expresada como porcentaje en masa

Phi media, Φ_{50} , es la suma de esas diferencias dividida por la suma de las frecuencias y es calculada con la Ecuación (3):

$$\Phi_{50} = \frac{\sum \Phi_i}{\sum n_i} \quad (3)$$

El diámetro medio, d_{50} , es el antilogaritmo (base 2) de phi media, Φ_{50} , y es calculado utilizando la Ecuación (4):

$$d_{50} = 2^{\Phi_{50}} \quad (4)$$

Tabla 3—Ejemplo de cálculo del diámetro medio (propante de fractura 16/30)

ASTM Sieve Series		Sieve in Stack Position i	Mass Retained g	Mass Retained or Frequency n_i % by mass	Cumulative Mass Retained % by mass	Phi Φ_i
Sieve Number	Sieve Opening O_i mm					
12	1.700	1	0.00	0.0	0.0	0.0000
16	1.180	2	1.20	1.19	1.2	-0.5984
18	1.000	3	37.90	37.63	38.8	-4.4936
20	0.850	4	48.70	48.36	87.2	5.6695
25	0.710	5	11.90	11.82	99.0	4.3049
30	0.600	6	0.30	0.30	99.3	0.1834
40	0.425	7	0.20	0.20	99.5	0.1958
pan	0.213 ^a	8	0.50	0.50	100.0	0.8604
Total			100.70	100.0		6.1220
Median phi, Φ_{50}						0.061
Median Diameter, d_{50} mm (in.)						0.958 (0.038)

^a For calculation, pan is considered with an opening of $1/2$ of the opening of the last bottom test sieve.

6.5.4.2 Determinación gráfica del diámetro medio, d_{50}

El diámetro medio puede ser determinado utilizando una técnica gráfica como la descrita en la Figura 4. Trazar la curva de distribución de tamaño de partícula con el porcentaje acumulado retenido en el eje dependiente (eje y), como una función del log de la apertura promedio de tamiz en el eje independiente (eje x). El eje independiente (eje x) debe ser invertido, de izquierda a derecha, por ello la escala es menor hacia la derecha y crece hacia la izquierda. El tamaño de tamiz puede ser trazado como el logaritmo (base 2) de micrones, milímetros o pulgadas. Un trazado del ejemplo de la Tabla 2 y Tabla 3 es ilustrado en la Figura 4. Leyendo el gráfico en el 50% de la masa acumulada (en el eje y) se obtiene el diámetro medio de partícula, d_{50} , (en el eje x) de 0.96 mm (0.038 pulgadas).

d_{50} es el diámetro a partir del cual el 50% de las partículas tienen menor diámetro y el 50% tienen mayor diámetro.

De la Figura 4, puede ser determinado otro criterio común, como d_{90} (utilizado en diseños de gravel-packing). Leyendo el gráfico al 90% de la masa acumulada (en el eje y) se obtiene el diámetro de grano d_{90} (en el eje x) de 0.83 mm (0.033 pulgadas).

Consulte las columnas 2 y 7 en la Tabla 3 como ejemplos de cálculos que ilustran esta técnica gráfica.

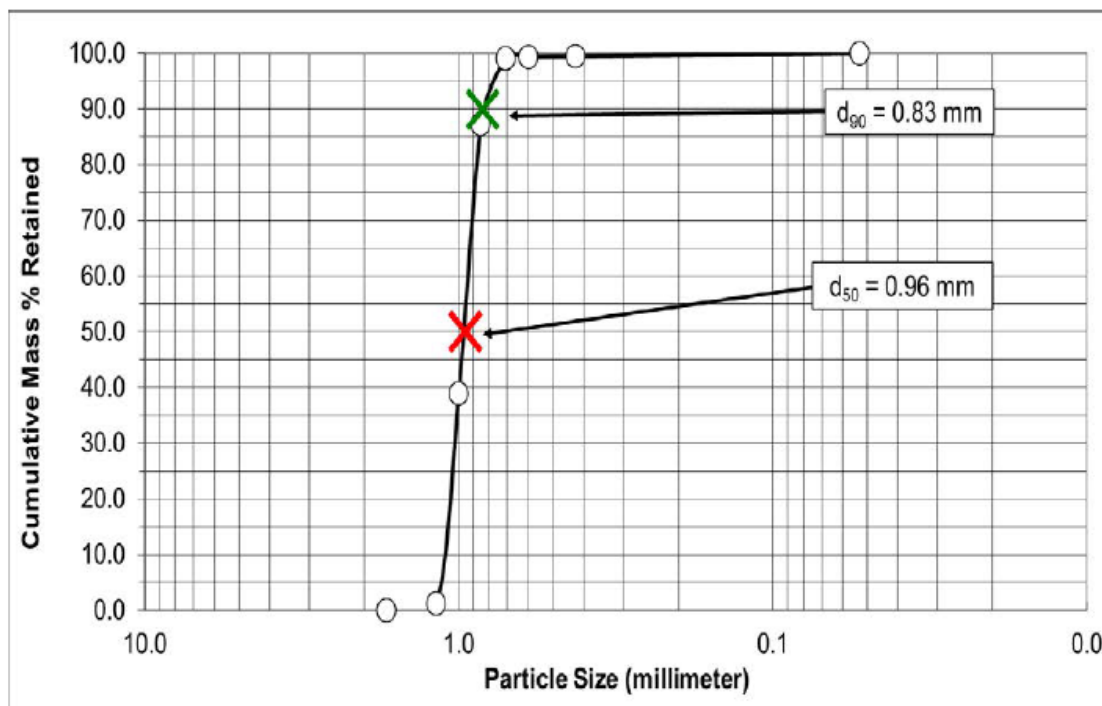


Figura 4—Método gráfico para la determinación del diámetro medio

6.6 Calibración de tamices

6.6.1 Propósito

Es necesario chequear los tamices en contraste con un conjunto patrón, ya que estos no son perfectos y están sujetos al desgaste. Esto rige para ambos tipos de tamices, nuevos y usados y para tamices combinados o no combinados. El examen óptico de cualquier tamiz muestra las variaciones en las aperturas tanto de tamaño como de forma. La calibración es un medio por el cual la extensión y el efecto de las diferencias en las aperturas puede ser determinado. Es además un medio para compensar las diferencias de fábrica en tamices, de manera de asegurar consistencia en el análisis de tamiz comparando un conjunto de tamices con otro.

6.6.2 Descripción

Un conjunto de tamices patrón es utilizado para chequear los tamices de trabajo. Este conjunto patrón (tamices de calibración) debe ser utilizado con moderación para prevenir que se dañe con el uso y cambien sus aperturas. El conjunto patrón consiste en tamices certificados que se encuentran calibrados ópticamente en una base anual, típicamente por el equipo original del fabricante para asegurar que los tamices se encuentran de acuerdo con ASTM E11. Si algún tamiz no cumple con las especificaciones ASTM, el tamiz debe ser reemplazado por un nuevo tamiz calibrado. El almacenamiento de los tamices debe ser realizado de manera tal de prevenir deterioro y/o daño.

6.6.3 Preparación de la muestra patrón

Una muestra de calibración de tamices debe estar compuesta por una mezcla de diferentes tamaños de partículas, cuya redondez y esfericidad debe ser mínimamente 0,6 (preferiblemente 0,8). Para preparar las muestras por tamaño, determinar el tamaño específico del material/es necesario, luego ensamblar un conjunto de tamices que contemple estos tamaños y colocar una bandeja al final.

6.6.3.1 Disponer 100 g ± 20 g de muestra patrón encima del primer tamiz, tapar y llevar a la tamizadora durante 10 minutos ± 5 segundos. La masa promedio utilizada no debe ser mayor a 35 g por cada tamiz.

6.6.3.2 Remover el conjunto de la tamizadora, luego quitar la tapa. Cuidadosamente sacar el primer tamiz e invertir el contenido dentro de una bandeja recolectora. Cepillar cuidadosamente el tamiz, removiendo los granos que hayan quedado adheridos a la malla metálica. Colocar el material recolectado en la bandeja en un contenedor de almacenamiento etiquetado específicamente para este tamaño de material. Repetir para cada tamiz.

6.6.3.3 Seleccionar los tamaños de tamices a ser ensayados en base a la Tabla 1. Para cada tamaño de tamiz, pesar aproximadamente 10 g del material correspondiente a dicho tamaño. Mezclar los diferentes tamaños del material para conformar la muestra de calibración estándar.

6.6.4 Procedimiento de calibración

6.6.4.1 Colocar la muestra patrón en el conjunto de tamices patrón y realizar el ensayo de tamizado según lo que se indica en el inciso 6.4. Recombinar cada una de las fracciones luego de pesarlas. La carga retenida en cada uno de los tamices patrón será considerada en los cálculos como la carga patrón.

6.6.4.2 Disponer la muestra patrón recombinada en el conjunto de trabajo y completar el análisis de acuerdo con lo que indica el inciso 6.4. La carga retenida en cada uno de los tamices de trabajo será considerada en los cálculos como la carga de trabajo.

6.6.4.3 Si la masa total de la muestra utilizada excede ± 0.5 % de diferencia entre el conjunto patrón y el de trabajo, deberá repetirse la prueba.

6.6.4.4 Para cada tamiz del conjunto, calcular:

- a) la diferencia, δ_i , expresada en gramos, utilizando la Ecuación (5).
- b) la diferencia relativa, Δ_i , en porcentaje, utilizando la Ecuación (6).
- c) la diferencia absoluta, δ_{Ai} , expresada en gramos, utilizando la Ecuación (7).
- d) la diferencia absoluta relativa, Δ_{Ai} , en porcentaje, utilizando la Ecuación (8).

Si el valor correspondiente a la diferencia absoluta relativa excede el 15%, el conjunto de trabajo debe ser reemplazado.

$$\delta_i = m_{Wi} - m_{Mi} \quad (5)$$

$$\Delta_i = 100 \times \left(\frac{m_{Wi}}{m_{Mi}} - 1 \right) \quad (6)$$

Donde:

m_{Mi} es la masa retenida en cada tamiz correspondiente al conjunto patrón, expresada en gramos.

m_{Wi} es la masa retenida en cada tamiz correspondiente al conjunto de trabajo, expresada en gramos.

Nota: tanto δ_i como Δ_i pueden ser positivos o negativos.

La diferencia absoluta del tamiz de interés, δ_{Ai} , expresada en gramos, es calculada a partir de la Ecuación (7):

$$\delta_{Ai} = \delta_{Ai-1} + \delta_i \quad \delta_{Ai} = \delta_{Ai-1} + \delta_i \quad (7)$$

Donde:

δ_{Ai-1} es la diferencia absoluta del tamiz antecesor, expresada en gramos.

δ_i es la diferencia del tamiz de interés, expresada en gramos.

La diferencia absoluta relativa del tamiz de interés, Δ_{Ai} es calculada en porcentaje, a partir de la Ecuación (8):

$$\Delta_{Ai} = 100 \times \frac{\delta_{Ai}}{m_{Mi}} \quad (8)$$

Donde:

δ_{Ai} es la diferencia absoluta del tamiz de interés de la Ecuación (7).

m_{Mi} es la masa retenida en el tamiz patrón de interés, expresada en gramos.

NOTA: la utilización del término “absoluto” no refiere a la función matemática.

EJEMPLO: ejemplos de cálculos para el sexto tamiz del conjunto de trabajo, No. 30 (resaltado), en la Tabla 4:

— De la ecuación (5): $\delta_6 = 10.30 - 10.05 = 0.25$ g.

— De la ecuación (6): $\Delta_6 = (10.30 / 10.05 - 1) \times 100 = 2.5$ %.

— De la ecuación (7): $\delta_{A6} = 1.33 + 0.25 = 1.58$ g.

— De la ecuación (8): $\Delta_{A6} = (1.58 / 10.05) \times 100 = 15.7$ %

Tabla 4—Ejemplo de cálculo de diferencia absoluta relativa

ASTM Sieve Series	Sieve in Stack Position	Master Load	Working Load	Difference	Relative Difference	Absolute Difference	Absolute Relative Difference
Sieve Number	i	m_{Mi} g	m_{Wi} g	δ_i g	Δ_i %	δ_{Ai} g	Δ_{Ai} %
12	1 (top)	9.42	10.00	0.58	6.2	0.58	6.2
16	2	10.90	11.05	0.15	1.4	0.73	6.7
18	3	9.51	9.51	0.00	0.0	0.73	7.7
20	4	9.50	9.70	0.20	2.1	0.93	9.8
25	5	10.10	10.50	0.40	4.0	1.33	13.2
30	6	10.05	10.30	0.25	2.5	1.58	15.7
35	7	11.44	10.95	-0.49	-4.3	1.09	9.5
40	8	9.33	9.19	-0.14	-1.5	0.95	10.2
50	9	10.12	9.18	-0.94	-9.3	0.01	0.1
70	10	8.80	8.90	0.10	1.1	0.11	1.2
Pan	11 (bottom)	0.90	0.47				
Total		100.07	99.75				

En conclusión, la diferencia relativa entre el conjunto de trabajo y el conjunto patrón es -0.3 % $[(99.75 / 100.07 - 1) \times 100]$ y se encuentra dentro del límite de tolerancia indicado (menor a ± 0.5 %). La diferencia absoluta relativa del sexto tamiz, No. 30 (resaltado), en el conjunto de trabajo excede el límite permitido de 15 % y debe ser reemplazado por un nuevo tamiz calibrado. Todos los otros tamices en el conjunto de trabajo se encuentran calibrados, como lo indica el número en negrita de la última columna correspondiente a la Tabla 4.

7 Esfericidad y Redondez del Propante

7.1 Propósito

El propósito de este procedimiento es evaluar y reportar las formas de las partículas que constituyen el propante.

7.2 Descripción

Los parámetros de forma de partícula comunes que se han considerado útiles en la evaluación visual de propantes son la esfericidad y la redondez. Este procedimiento los encuentra de gran utilidad en la caracterización de nuevos depósitos de propantes y nuevas fuentes de propantes artificiales. El método más ampliamente utilizado para la determinación de la esfericidad y la redondez es el uso de la carta de *Krumbein y Sloss* (ver Figura 5). La esfericidad es una medida de cuanto se acerca una partícula de propante a la forma de una esfera. La redondez es una medida de la agudeza relativa de sus aristas o curvatura. Estas medidas deben ser determinadas por separado. Diferentes métodos de medición que utilizan tecnología fotográfica o digital están disponibles y son aceptables siempre y cuando éstos realmente midan y calculen las propiedades aquí descriptas.

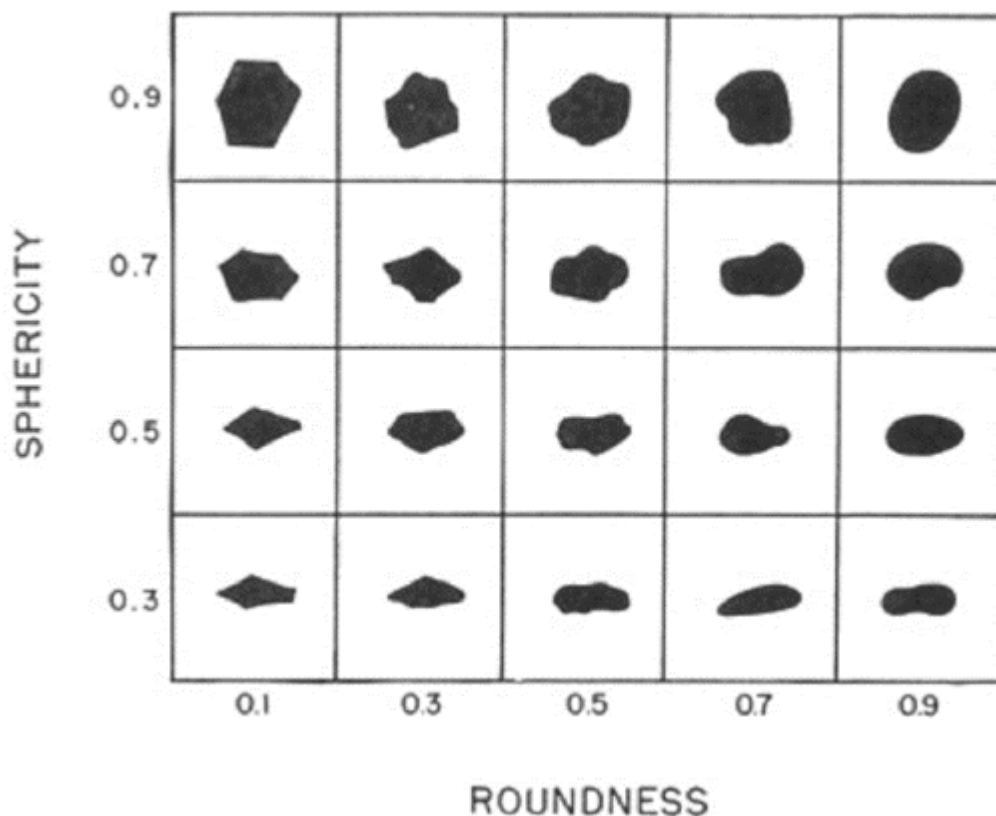


Figura 5—Carta para la estimación visual de la esfericidad y la redondez

7.3 Capacidad de los aparatos

Un microscopio o equivalente. Debe tener una magnificación de 10x a 40x.

7.4 Procedimiento

7.4.1 Utilizando la muestra ya cuarteada (ver 5.2) y el cuarteador, reducir la muestra a una monocapa de propante.

7.4.2 Colocar la muestra reducida delante de un fondo adecuado, extenderla a espesor de monopartícula y observarla a través del microscopio a magnificación baja (10x a 40x). Elegir un fondo oscuro para propantes de coloración clara y, por el contrario, elegir un fondo claro para partículas oscuras.

7.4.3 Para prevenir sesgos involuntarios de la muestra y los datos, cada partícula en el campo visual debe ser evaluada. Las partículas no deben tocarse entre sí (si fuera posible).

7.4.4 Determinar la esfericidad de cada partícula seleccionada comparándola con la carta provista (ver Figura 5). Registrar el número de esfericidad asignado para cada partícula seleccionada.

7.4.5 Calcular el promedio aritmético de los números de esfericidad registrados y reportarlo como el promedio de esfericidad de partícula al 0.1 más cercano.

7.4.6 Utilizando las mismas partículas seleccionadas en 0, determinar la redondez de cada partícula. Registrar el número de redondez asignado para cada partícula seleccionada.

7.4.7 Calcular el promedio aritmético de los números de redondez registrados y reportarlo como el promedio de redondez de partícula al 0.1 más cercano.

7.5 Método alternativo para determinar el promedio de Esfericidad y Redondez

7.5.1 Procedimiento

Siguiendo el procedimiento indicado en 7.4, pero utilizando la opción de equipamiento fotográfico. Seleccionar un campo representativo de visión bajo las lentes y tomar una fotografía del propante. Enumerar cada partícula seleccionada en la imagen impresa limita la confusión y asegura que las mismas partículas son utilizadas para ambas determinaciones, esfericidad y redondez. Continuar con las mediciones como se indica en 7.4.

7.5.2 Magnificación sugerida para Microfotografías

Para los diferentes rangos de tamaño de propante, las magnificaciones sugeridas se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5—Magnificación sugerida

Proppant Size Ranges	Photomicrograph Magnification
6/12 through 12/20	15 times
16/12 through 20/40	30 times
30/50 through 70/140	40 times

7.6 Especificaciones—Redondez y Esfericidad del propante

Propantes cerámicos y resinados deben tener una esfericidad promedio de 0.7 o mayor y una redondez promedio de 0.7 o mayor. Todos los otros propantes deben tener una esfericidad promedio de 0.6 o mayor y una redondez promedio de 0.6 o mayor.

8 Solubilidad al ácido

8.1 Propósito

Los procedimientos de solubilidad al ácido son utilizados para determinar la idoneidad de un propante para su uso en aplicaciones donde éste pueda tener contacto con ácidos. En el caso de arenas de fractura cuarzosas, la solubilidad del propante en una mezcla de ácido fluorhídrico y ácido clorhídrico es utilizada para estimar la eficacia de las técnicas de separación mineral en la remoción de cementos minerales más blandos y menos deseables de estas arenas. En el caso de los propantes cerámicos, las fases de vidrio amorfo son también solubles en mezclas de ácidos HF/HCl, como lo son otros compuestos tales como magnetita, álcalis u óxidos de hierro.

8.2 Descripción

El método predilecto para el ensayo de solubilidad al ácido consiste en utilizar una solución de ácido 12:3 HCl: HF; por ejemplo 12% en masa de ácido clorhídrico (HCl) y 3% en masa de ácido fluorhídrico (HF) (ver 8.4.2). De todas formas, el siguiente ejemplo procedimental no debe descartar el testeo de materiales en otros ácidos.

La solubilidad de un propante en 12:3 HCl:HF es una indicación de la cantidad de materiales solubles; por ejemplo: carbonatos, feldespatos, óxidos de hierro, arcillas, etc., presentes en el propante.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

Advertencia— El ácido clorhídrico y las soluciones ácidas 12:3 HCl:HF son altamente corrosivas. Siempre deben ser manipuladas con cuidado para prevenir daños o lesiones. Tomar precauciones de seguridad específicas cuando se manipulan, transportan y almacenan las sustancias de HCl y 12:3 HCl:HF. Obtener ayuda médica inmediatamente si ocurre un contacto accidental con las mismas.

8.3 Aparatos y materiales

El siguiente equipamiento y materiales son necesarios para realizar ensayos de solubilidad al ácido en muestras de propante.

8.3.1 Ácido clorhídrico

HCl, CAS No. 7647-01-0, concentrado, 37 % en agua, grado reactante conocido por ensayo.

NOTA: El ácido clorhídrico es una mezcla/ solución de gas cloruro de hidrógeno en agua; el mismo número de registro CAS es utilizado para el gas y para las soluciones acuosas.

8.3.2 Bifluoruro de amonio

NH₄HF₂, CAS No. 1341-49-7, grado reactante conocido por ensayo.

8.3.3 Agua desionizada o destilada

Para la dilución del ácido y el lavado de la muestra filtrada.

8.3.4 Balanza

0.0001 g de precisión.

8.3.5 Baño térmico

66 °C (150 °F).

8.3.6 Horno

105 °C (220 °F).

8.3.7 Vaso de precipitados

De 250-ml de capacidad, polietileno de alta densidad o polipropileno.

8.3.8 Probeta o matraz aforado

1000 ml, polietileno de alta densidad o polipropileno.

8.3.9 Aparato analítico de filtrado

Resistente al ácido (porcelana, polietileno de alta densidad o polisulfona), utilizando una técnica de filtrado al vacío con un crisol estilo Gooch o un embudo estilo Buchner.

8.3.10 Papel de filtro

Círculos, de celulosa, con resistencia al ácido suficiente para prevenir la pérdida de la muestra.

El ensayo requiere una almohadilla de papel de filtro de aproximadamente 1.6 mm (1/16 pulgadas) de espesor o aproximadamente cinco capas de círculos de papel de filtro con un

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

diámetro tal que logre descansar en forma plana dentro del crisol o el embudo. El papel de filtro adecuado es comúnmente conocido como Whatman No. 42 o equivalente.

8.3.11 Temporizador

Precisión de ± 5 segundos en un período de 30 minutos.

8.3.12 Desecador

Con agente secante estandarizado (sulfato de calcio anhidro o *silica gel*).

8.4 Procedimiento

Muestras de propante representativas deben ser obtenidas por cuarteo (ver 5.2). No tamizar la muestra. Las muestras no deben haber sido sujetas al ensayo de resistencia (*crush*) o molidas antes del análisis de solubilidad al ácido; el análisis debe ser realizado en propantes inalterados.

Advertencia— Extrema precaución y equipamiento de protección adecuado deben ser utilizados en todo momento cuando se manipulan ácidos. Para más información, consultar las hojas de datos de seguridad del material o directamente con el fabricante del químico.

8.4.1 Preparación de la solución de ácido 12:3 HCl:HF

Preparar la solución de ácido HCl:HF, gravedad específica = 1.08 a 15.6 °C (60 °F), como se indica a continuación:

8.4.1.1 A 500 ml de agua contenida en una probeta de polietileno o polipropileno de 1000-ml de capacidad o matraz aforado, adicionar 46.23 g de NH_4HF_2 puro y mezclar. La masa actual del NH_4HF_2 , de 100% de pureza, a ser utilizado es equivalente a 46.23 g dividido por el ensayo de NH_4HF_2 , en fracción de masa. Por ejemplo, $46.23 \text{ g} / 0.94 = 49.18 \text{ g}$ de NH_4HF_2 con un ensayo de 94 % de pureza será utilizado.

8.4.1.2 Adicionar 361 ml de HCl al 37 %, (gravedad específica de 1.19). Ajustar el volumen para diferentes concentraciones de ácido clorhídrico. Por ejemplo, utilizando 33 % HCl (gravedad específica 1.17), la cantidad correcta de ácido deberá ser $(361 \text{ ml} \times 1.19 \times 0.37) / (0.33 \times 1.17) = 411.7 \text{ ml}$ de HCl teniendo un ensayo de 33 %.

8.4.1.3 Diluir en 1000 ml con agua. Re chequear el volumen cuando el ácido se haya enfriado a temperatura ambiente y completar si fuera necesario.

8.4.1.4 Revolver para asegurar la mezcla completa, y asegurarse de que el ácido se haya enfriado a temperatura ambiente antes de su uso.

8.4.2 Procedimiento de ensayo de solubilidad de propante

8.4.2.1 Secar el embudo y el papel de filtro en un horno a 105 °C (220 °F) por un mínimo de una hora y hasta que se registre peso constante; pesar y registrar la masa, *mf*, al 0.1 mg más cercano. El medio filtrante no debe ser pesado en caliente; primero debe permitirse que se enfríe en el desecador.

8.4.2.2 Pesar $5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ de propante al 0.1 mg más cercano en una bandeja previamente tarada. El propante debe haber sido secado a 105 °C (220 °F) hasta masa constante y enfriado en un desecador. Registrar la masa, *ms*, al 0.1 mg más cercano.

8.4.2.3 Adicionar la muestra de propante en un vaso de precipitado de polietileno y de 250-ml de capacidad que contenga 100 ml de la solución ácida preparada en 8.4.1. Cubrir el vaso de precipitados con un vidrio de reloj de polietileno. El ácido y las muestras deben estar a temperatura ambiente, $22 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ ($72 \text{ °F} \pm 5 \text{ °F}$).

8.4.2.4 Colocar el vaso de precipitados en el baño térmico a 66 °C (150 °F) por 30 minutos +5 segundos. No revolver.

8.4.2.5 Transferir la mezcla de propante y ácido desde el vaso de precipitados al aparato de filtrado. Filtrar la muestra a través del crisol/ embudo de filtrado pre pesado, asegurarse de transferir todas las partículas desde el vaso de precipitados al filtro. Las técnicas de filtrado al vacío deben ser utilizadas para remover el ácido de la muestra dentro de un minuto. Es posible que se requiera un área de filtro más grande para que algunas muestras puedan ser filtradas rápidamente.

8.4.2.6 Lavar la muestra en el aparato de filtrado al menos tres veces con un volumen de agua suficiente que permita que los sólidos remanentes floten; una porción de 20-ml de agua debe ser suficiente para el tamaño de muestra y filtros listados.

8.4.2.7 Secar el filtro y la muestra retenida a 105 °C (220 °F) por un mínimo de una hora y hasta que se obtenga un peso constante. Enfriar el filtro y la muestra en un desecador antes de pesarlos. Pesar el filtro y la muestra y registrar la masa, *m_{fs}*, al 0.1 mg más cercano.

8.4.2.8 Calcular *S_{12:3}*, la solubilidad al ácido (expresada en porcentaje), del propante utilizando la Ecuación (9) y reportar el resultado con un decimal:

$$S_{12:3} = \frac{m_s + m_f - m_{fs}}{m_s} \times 100 \quad (9)$$

Donde

m_s es la masa de la muestra, expresada en gramos

m_f es la masa del filtro, expresada en gramos

m_{fs} es la masa seca del filtro que contiene el propante, expresada en gramos.

8.5 Especificaciones—Solubilidad al ácido

El material soluble en ácido contenido en propantes no debe exceder los valores mostrados en la Tabla 6.

Tabla 6—Solubilidad al ácido máxima para propantes

Proppant Type and Size	Maximum Acid Solubility % by weight
Hydraulic fracturing sand, resin-coated proppant, and gravel-packing sand proppants	
— Larger or equal to 30/50	2.0
— Smaller than 30/50	3.0
Ceramic proppants and resin-coated ceramic proppants	7.0

9 Turbidez

9.1 Propósito

El propósito de este procedimiento es determinar la cantidad de partículas suspendidas u otra materia finamente dividida presente

9.2 Descripción

En general, los ensayos de turbidez miden una propiedad óptica de una suspensión que resulta de la dispersión y la absorción de la luz por la materia de partículas suspendidas en un fluido mojante. Un número de turbidez alto indica mayor cantidad de partículas suspendidas presentes. En la mayoría de los turbidímetros comerciales, la trayectoria de la luz incidente es perpendicular a la dirección de detección; este es el método de medición predilecto. Los resultados están expresados en Unidades Nefelométricas de Turbidez (NTU), o las equivalentes Unidades de Formacina de Turbidez (FTU) cuando la Formacina se utiliza como el estándar de calibración. Métodos alternativos pueden ser utilizados, pero deben ser correlacionados con el método otorgado en este documento.

9.3 Aparatos y materiales

Lo siguiente es una lista del equipamiento y materiales necesarios para las mediciones de turbidez:

9.3.1 Turbidímetro

9.3.2 Agitador de matraz doble o de muñeca

El agitador predilecto deberá tener características de desempeño similares a estas:

- oscilaciones por minuto: 385 ± 10 %;
- ángulo de movimiento: 10 grados ± 1 grado.

9.3.3 Jeringa

9.3.4 Erlenmeyer

250-ml, boca ancha con tapa a rosca.

9.3.5 Agua desionizada (o destilada)

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

Para suspensión de partículas finas.

9.4 Calibración de los aparatos

La calibración de los aparatos debe ser realizada de acuerdo con los procedimientos designados por el fabricante original del equipamiento.

9.5 Procedimiento—Medición de turbidez

9.5.1 Utilizando el cuarteador, reducir la muestra de propante a 50 g $\pm$ 20 g. Medir 20 ml $\pm$ 1 ml de una muestra de propante seca y adicionarla junto con 100 ml $\pm$ 5 ml de agua al Erlenmeyer de boca ancha y tapa a rosca de 250-ml de capacidad. Permitir que repose durante 30 minutos $\pm$ 1 minuto.

9.5.2 Configurar la frecuencia del agitador a la máxima oscilación posible. Colocar el Erlenmeyer en el agitador. Permitir que el agitador agite durante 30 segundos $\pm$ 5 segundos. Remover el Erlenmeyer y dejarlo reposar durante 5 minutos $\pm$ 1 minuto.

9.5.3 Utilizando una jeringa, extraer 25 ml de la suspensión de agua y sólidos desde cerca del centro del volumen de agua. Se debe tener cuidado de no extraer ninguna partícula de propante, ya que esto distorsionaría los resultados.

9.5.4 Colocar la muestra de la suspensión de partículas en un vial de ensayo y disponerlo en un turbidímetro recientemente calibrado.

9.5.5 Registrar la turbidez de la muestra en FTU (NTU) a la unidad más cercana.

9.6 Especificación—Turbidez

La turbidez de todos los propantes de fractura y *gravel-packing* no debe exceder de 250 FTU (NTU).

10 Procedimientos para la Determinación de la densidad *bulk*, densidad aparente y densidad absoluta del propante

10.1 Propósito

El propósito de este procedimiento es determinar la densidad *bulk*, ρ_{bulk} , densidad aparente, ρ_{ap} , y densidad absoluta, ρ_{abs} , del propante.

10.2 Descripción

La densidad *bulk*, densidad aparente y densidad absoluta son propiedades importantes de los propantes. La densidad *bulk* describe la masa de propante que llena una unidad de volumen, e incluye tanto al propante como a la porosidad. Es utilizada para determinar la masa de propante necesaria para llenar una fractura, un anillo para *gravel packing*, o un tanque de almacenamiento. La densidad aparente es medida con un fluido de baja viscosidad que moja a la superficie de la partícula e incluye el espacio poral inaccesible para el fluido. La densidad absoluta excluye los poros que puedan estar en el propante, así como los espacios entre propante.

10.3 Densidad *bulk* (ρ_{bulk})

Este procedimiento está basado en ANSI B74.4.

10.3.1 Aparatos y Materiales

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

Un aparato que consiste en las siguientes partes (ver Figura 6) es utilizado para determinar la densidad *bulk*. Las dimensiones del aparato no son esenciales y pueden ser ajustadas según la conveniencia del usuario.

10.3.1.1 Soporte de embudo

El soporte de embudo consiste en una base metálica cuadrada, 305 mm × 305 mm (12 pulgadas × 12 pulgadas), con un trípode de 305 mm (12.0 pulgadas) de altura. La parte superior del trípode debe constar de una plataforma circular horizontal, de 203 mm (8 pulgadas) de diámetro, formando un soporte para un embudo, que es reemplazable y ajustable y que se ajusta en su sitio con tornillos.

10.3.1.2 Embudo

El embudo es de acero inoxidable, con costuras interiores lisas y un cierre en la salida que consiste en una bola de goma de 35 mm (1.378 pulgadas) anexada al embudo por dos resortes helicoidales de solidez tal que conforma un sello firme.

El embudo debe tener las siguientes dimensiones:

- diámetro superior (interior): 114.3 mm ±0.4 mm (4.5 pulgadas ±0.0156 pulgadas);
- diámetro inferior (interior): 12.7 mm ±0.4 mm (0.5 pulgadas ±0.0156 pulgadas);
- altura de la sección cónica: 76.2 mm ±0.4 mm (3.0 pulgadas ±0.0156 pulgadas).
- altura de la sección paralela: 12.7 mm ±0.4 mm (0.5 pulgadas ±0.0156 pulgadas).

10.3.1.3 Cilindro de latón

El cilindro de latón tiene una capacidad de aproximadamente 100 cm³ (6.10 pulgadas³), calibrado con agua como está descrito en 10.3.2.

El cilindro debe estar hecho con calibre de latón No. 17 y tubos sin costura, y debe tener las siguientes dimensiones:

- diámetro interior: 38.9 mm (1.53 pulgadas) tubo de latón; el diámetro interior debe estar dentro de las tolerancias normales a tubos comerciales de alta densidad.
- altura: 84.1 mm ±0.4 mm (3.3125 pulgadas ±0.0156 pulgadas);
- espesor de la base: 12.7 mm ±0.4 mm (0.5 pulgadas ±0.0156 pulgadas).

La superficie inferior de la base debe quedar empotrada para centrar el cilindro directamente debajo del embudo de descarga por medio de un pasador de acoplamiento en la placa inferior.

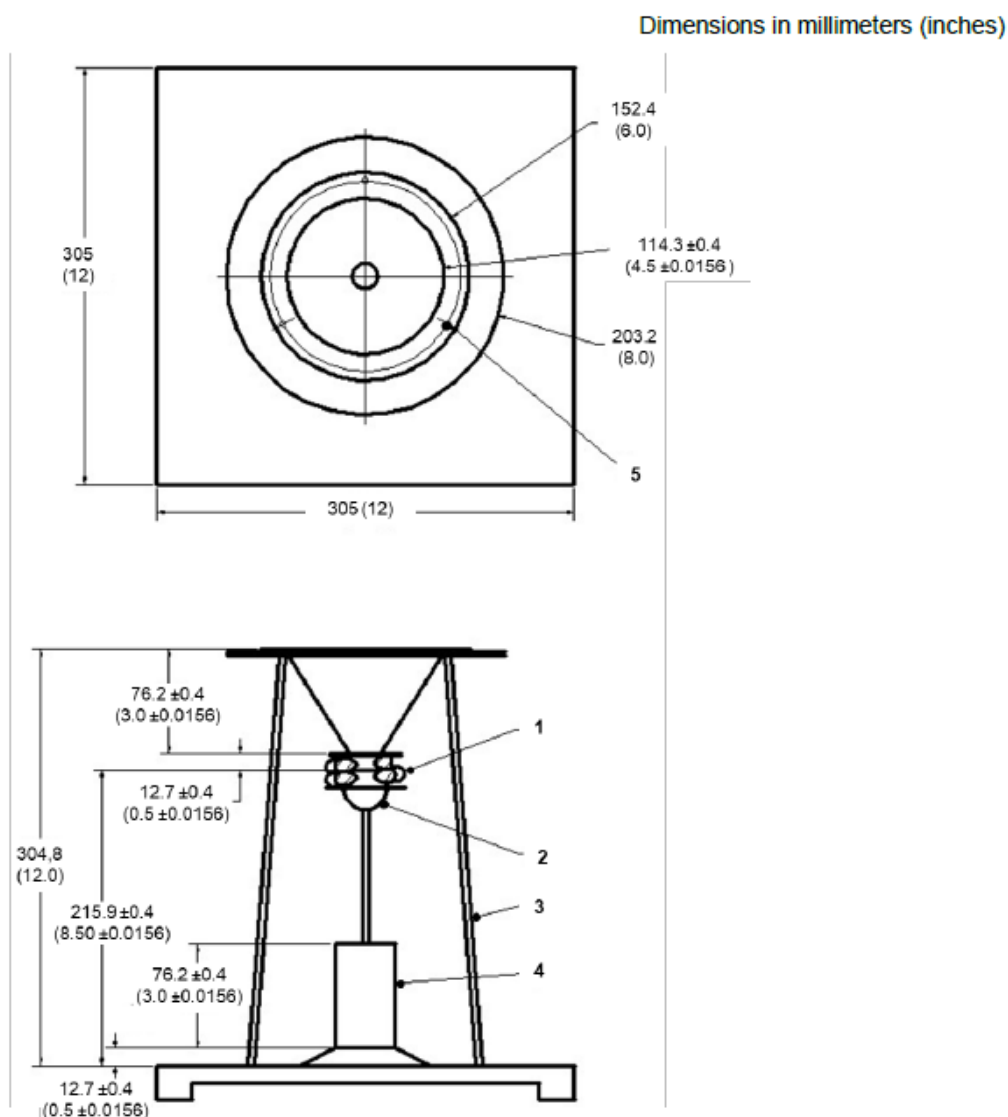
10.3.1.4 Balanza

Capacidad mínima de 100 g, con precisión de 0.01 g o mayor.

10.3.1.5 Termómetro

Precisión de ±0.5 °C (±1 °F).

10.3.1.6 Agua desionizada (o destilada)



Referencias

- 1 Diámetro del resorte, 9.65 mm (0.38 pulgadas)
- 2 Cierre de bola de goma, diámetro 31.75 mm (1.25 pulgadas)
- 3 Diámetro de las patas, 5 mm (0.19 pulgadas), soldadas a la placa de la base
- 4 Diámetro interno del cilindro, 38.1 mm (1.5 pulgadas)
- 5 Tres agujeros en un diámetro de 139.7 mm (5.5 pulgadas)

Figura 6—Dispositivo para la determinación de la densidad *bulk*

10.3.2 Calibración del volumen del cilindro

Previo a su utilización, determinar el volumen del cilindro como se indica a continuación:

10.3.2.1 Pesar el cilindro seco y vacío junto con una placa de vidrio y registrar el dato como *m1*.

10.3.2.2 Llenar el cilindro con agua y permitir que la temperatura se equilibre. El uso de un termostato es aconsejable para controlar el tiempo requerido para que se establezca el equilibrio

de temperatura. Al igual que con la mayoría de los artículos volumétricos de laboratorio, la temperatura en la calibración debe estar cerca de 25 °C ±1 °C (77 °F ±2 °F).

10.3.2.3 Medir y registrar la temperatura del agua contenida en el cilindro.

10.3.2.4 Deslizar la placa de vidrio en contacto con el borde superior del cilindro, cortando el agua precisamente en el plano del borde.

10.3.2.5 Con la placa de vidrio colocada firmemente en su lugar, quitar el exceso de agua y obtener la masa bruta m_2 .

10.3.2.6 Calcular el volumen del cilindro, V_{cyl} , expresado en centímetros cúbicos, utilizando la ecuación (10):

$$V_{cyl} = \frac{m_2 - m_1}{\rho_w} \quad (10)$$

Donde:

m_1 es la masa del cilindro seco y la placa de vidrio, expresada en gramos.

m_2 es la masa del cilindro, placa de vidrio y agua, expresada en gramos.

ρ_w es la densidad del fluido de calibración, agua según la temperatura, expresada en gramos por centímetros cúbicos.

La densidad del agua a diferentes temperaturas se encuentra disponible en la Tabla 7.

Tabla 7—Densidad del agua a varias temperaturas

Temperature °C	Density g/cm ³	Temperature °F	Density g/cm ³
15.0	0.9991	59	0.9991
15.5	0.9990	60	0.9990
16.0	0.9989	61	0.9989
16.5	0.9989	62	0.9988
17.0	0.9988	63	0.9987
17.5	0.9987	64	0.9986
18.0	0.9986	65	0.9985
18.5	0.9985	66	0.9984
19.0	0.9984	67	0.9983
19.5	0.9983	68	0.9982
20.0	0.9982	69	0.9981
20.5	0.9981	70	0.9980
21.0	0.9980	71	0.9978
21.5	0.9979	72	0.9977
22.0	0.9978	73	0.9976
22.5	0.9977	74	0.9975
23.0	0.9975	75	0.9973
23.5	0.9974	76	0.9972
24.0	0.9973	77	0.9970
24.5	0.9972	78	0.9969
25.0	0.9970	79	0.9968
25.5	0.9969	80	0.9966
26.0	0.9968	81	0.9965
26.5	0.9966	82	0.9963
27.0	0.9965	83	0.9961
27.5	0.9964	84	0.9960
28.0	0.9962	85	0.9958
28.5	0.9961	86	0.9956
29.0	0.9959	87	0.9955
29.5	0.9958	88	0.9953
30.0	0.9956		

NOTE Water density data referenced from *Handbook of Chemistry and Physics*, 66th Edition, CRC Press Inc., Boca Raton, Florida (1985–1986)

10.3.3 Procedimiento—Determinación de la Densidad *Bulk*

10.3.3.1 Pesar el cilindro seco y vacío y registrar la masa m_1 .

10.3.3.2 La masa de propante a ser ensayada debe tener una temperatura no menor a 18 °C (65 °F) y no mayor a 29 °C (85 °F). Llenar un vaso de precipitados de 150-ml con la muestra cuarteada de propante (ver 5.2).

10.3.3.3 Con la salida del embudo cerrada y el cilindro centrado debajo de ésta, verter la muestra desde el vaso de precipitados hacia dentro del embudo.

10.3.3.4 Mover la bola hacia la derecha o hacia la izquierda y permitir que el propante caiga libremente, llenando el cilindro.

10.3.3.5 Inmediatamente luego de que se vacíe el embudo, suavemente pasar un borde recto sobre el borde del cilindro para nivelar la superficie del propante. Es importante evitar vibraciones y temblores o cualquier factor de disturbio.

10.3.3.6 Pesar el cilindro y el propante contenido, y registrarlo como m_2 .

10.3.3.7 Calcular la densidad *bulk*, ρ_{bulk} , expresada en gramos por centímetro cúbico como se muestra en la Ecuación (11):

$$\rho_{\text{bulk}} = \frac{m_2 - m_1}{V_{\text{cyl}}} \quad (11)$$

Donde

m_1 es la masa del cilindro seco, expresada en gramos.

m_2 es la masa del cilindro lleno con propante desde 0, expresada en gramos.

V_{cyl} es el volumen del cilindro, expresado en centímetros cúbicos.

Para expresar ρ_{bulk} en lb/pie³, multiplicar ρ_{bulk} expresada en g/cm³ por 62.428.

10.4 Densidad aparente (ρ_{ap})

10.4.1 Aparatos y materiales

El siguiente equipamiento y materiales son necesarios para determinar la densidad aparente de propantes, ρ_{ap} , en aceite.

10.4.1.1 Matraz de *Le Chatelier*

Como se describe en ASTM C188; limpio.

10.4.1.2 Líquido de desplazamiento

De baja viscosidad, aceite parafínico, kerosene o un aceite similar con una viscosidad máxima menor o igual a 5 centipoise a la temperatura de uso.

10.4.1.3 Balanza

Capacidad de 80 g a 100 g, con precisión de 0.01 g o mejor.

10.4.1.4 Bote de Pesaje

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

10.4.1.5 Embudo

Con tallo para caber dentro del matraz.

La longitud del tallo debe tener el largo suficiente [63.5 mm (2½ pulgadas)] para que el líquido de desplazamiento pueda ser vertido dentro del matraz sin que toque los lados de la mitad superior del cuello del matraz.

10.4.1.6 Propante

Cantidad aproximada de propante requerido para el procedimiento:

Arenas naturales: 48 g a 54 g

Arenas resinadas: 63 g a 68 g

Cerámicos de alta densidad: 63 g a 68 g

Cerámicos livianos: 42 g a 48 g

Cerámicos resinados: ver 10.4.2.4

Flotabilidad neutra: pueden requerir una densidad de fluido diferente.

10.4.2 Procedimiento—Determinación de la Densidad Aparente

10.4.2.1 Llenar el matraz con el líquido de ensayo hasta un punto ubicado en el cuello del mismo entre las marcas de 0 y 1-ml, sin que el fluido moje la pared del cuello del matraz. Si el cuello del matraz sobre el bulbo inferior se encuentra mojado, el propante puede formar un puente cuando es introducido.

10.4.2.2 Leer y registrar el volumen inicial del líquido, V_{init} , al 0.05 ml más cercano.

10.4.2.3 Pesar el propante y registrar la masa como m_p al 0.01 g más cercano.

10.4.2.4 Cuidadosamente agregar todo el propante ya pesado al matraz. El nivel final del líquido en el matraz con todo el propante en su sitio debe estar dentro del rango de las marcas graduadas superiores.

10.4.2.5 Luego de que todo el propante haya sido depositado dentro del matraz, colocar el tapón dentro de éste.

10.4.2.6 Suavemente inclinar y hacer rodar el matraz hasta que todas las burbujas de aire sean removidas y hasta que no haya propante en el cuello del matraz.

10.4.2.7 Leer el volumen final de líquido y registrarlo como V_f al 0.05 ml más cercano.

10.4.2.8 Calcular la densidad aparente, ρ_{ap} , expresada en gramos por mililitros como se muestra en la Ecuación (12):

$$\rho_{ap} = \frac{m_p}{V_f - V_{init}} \quad (12)$$

Donde

m_p es la masa de propante seco, expresada en gramos

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

V_f es el volumen final de líquido, expresado en mililitros

V_{init} es el volumen inicial de líquido, expresado en mililitros

10.4.2.9 Reportar la densidad aparente, ρ_{ap} , expresada en gramos por mililitros.

NOTA: Un mililitro es considerado equivalente a un centímetro cúbico.

Para expresar ρ_{ap} en lb/pt³, multiplicar el valor en g/ml por 62.428.

10.5 Densidad absoluta (ρ_{abs})

10.5.1 Descripción

El método predilecto para determinar la densidad absoluta, ρ_{abs} , está basado en la Ley de Boyle: la presión incrementada para llenar la cámara de muestra con un gas y luego descargar el gas en una segunda cámara vacía permite el cálculo del volumen de la fase sólida en la muestra. Dado que la densidad y el volumen del gas son muy bajos comparados con el propano, el resultado es muy cercano a la densidad real de éste, excluyendo los poros interconectados, comunes en algunos tipos de propano.

10.5.2 Aparatos

10.5.2.1 Picnómetro

Un picnómetro de comparación de gases con una reproductibilidad típica dentro del 0.02 % del volumen nominal a gran escala en una muestra limpia, seca y térmicamente equilibrada. El gas predilecto es helio, He₂, pero el nitrógeno seco, N₂, es una alternativa aceptable.

10.5.2.2 Balanza

0.0001 g de precisión.

10.5.2.3 Horno de secado

Capaz de sostener una temperatura de 105 °C (220 °F).

10.5.2.4 Desecador

Con agente de secado estandarizado (sulfato de calcio anhidro o *silica gel*).

10.5.3 Procedimiento—Determinación de la Densidad Absoluta

10.5.3.1 El volumen de propano depende del volumen de la copa de muestra. El propano debe ser secado hasta peso constante a 105 °C (220 °F), luego enfriado a temperatura ambiente en un desecador.

Registrar la masa de la muestra, m_p , al 0.1 mg más cercano.

10.5.3.2 Verificar que el picnómetro de comparación de gases esté en cero y que la calibración esté como se especifica en el manual de instrucciones para el picnómetro específico a ser utilizado.

10.5.3.3 Colocar la copa de muestra con propano en el compartimento de muestra del picnómetro y trabarlo firmemente en su lugar. Purgar el compartimento de la muestra con gas a una presión que no exceda los 15 kPa (2 psi).

10.5.3.4 Medir el volumen de la muestra con los procedimientos estandarizados del fabricante. Diez purgas de gas de la muestra y cinco mediciones deben ser observadas y registradas con la precisión del instrumento.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

10.5.3.5 Registrar las cinco mediciones como el volumen de la muestra de propante, V_i , en centímetros cúbicos. Calcular el volumen promedio, V_{avg} , del propante.

10.5.3.6 La densidad absoluta, ρ_{abs} , expresada en gramos por centímetros cúbicos, es calculada utilizando la Ecuación (13):

$$\rho_{abs} = \frac{m_p}{V_{avg}} \quad (13)$$

Donde

m_p es la masa de la muestra de propante, expresada en gramos.

V_{avg} es el promedio de las cinco mediciones de volumen, expresada en centímetros cúbicos.

10.5.3.7 Reportar la densidad absoluta, ρ_{abs} , en gramos por centímetros cúbicos con dos decimales.

Para expresar ρ_{abs} en lb/pie³, multiplicar el valor en g/cm³ por 62.428.

11 Resistencia a la compresión del propante- *Crush test*

11.1 Propósito

Los ensayos de *crush* se realizan para determinar la cantidad de propante triturado a un esfuerzo determinado.

11.2 Descripción

Este ensayo es utilizado para la determinación y comparación de la resistencia a la compresión de los propantes. Los ensayos se realizan en muestras que han sido tamizadas, por lo cual todas las partículas testeadas se encuentran dentro de un rango específico de tamaño, lo que usualmente es, debajo de la malla más gruesa y por encima de la malla más fina. La cantidad de material propante triturado a cada nivel de esfuerzo es medido. La evaluación de los resultados de ensayos provee indicaciones del nivel de *stress* al cual la trituración del propante es mayor a 10%.

11.3 Aparatos

11.3.1 Prensa hidráulica

Con la capacidad de aplicar la carga requerida para conseguir que los niveles de *stress* se eleven a 103 MPa (15,000 psi).

La prensa debe tener platinas que puedan mantenerse paralelas durante la aplicación de la carga a la celda. Además, debe ser calibrada al menos anualmente y luego de grandes reparaciones, para asegurar que las mediciones de *stress* sean precisas dentro del 5 % (± 2.5 %). Alternativamente, un dispositivo independiente de medición de carga calibrado al menos anualmente y luego de grandes reparaciones puede ser utilizado cuando la carga es aplicada al propante en la celda de ensayo. El *stress* debe estar dentro del 5 % (± 2.5 %) del blanco (ver Tabla 11). Las prensas automáticas están altamente recomendadas.

11.3.2 Celdas *Crush*

Referir a la Figura 7 o equivalente.

Las celdas de *crush* están compuestas por tres partes: cuerpo, pistón y placa de celda. Todas las partes deben ser fabricadas con acero aleado y endurecido a un mínimo de 43 *Rockwell C*; 60 *Rockwell C* es preferible para reducir el desgaste de la celda de *crush* y aumentar la vida útil. La longitud del pistón debe ser 88.9 mm (3.5 pulgadas) y el diámetro del pistón debe ser 50.67 mm (1.995 pulgadas). La longitud del cuerpo de la celda es 76.2 mm (3 pulgadas). El diámetro interno es 50.8 mm (2.000 pulgadas). Una Inspección periódica del desgaste del diámetro interno de la celda indica cuando ésta debe ser reemplazada. Cuando el diámetro interno de la porción inferior de la celda excede el diámetro designado en más de 3.25 % [ej.: 52.45 mm (2.065 pulgadas)]—aproximadamente un 10 % de incremento en la sección transversal —la celda debe ser reemplazada.

11.3.3 Tamices

Tamices de número (tamaño) apropiado, bandeja y tapa (ver Tabla 1).

11.3.4 Tamizadora

Ver 6.3.2.

11.3.5 Temporizador

Precisión de ± 5 segundos por un periodo de 30 minutos.

11.3.6 Balanza

Capacidad mínima de 100 g, con precisión de 0.01 g o mejor.

11.3.7 Cuarteador

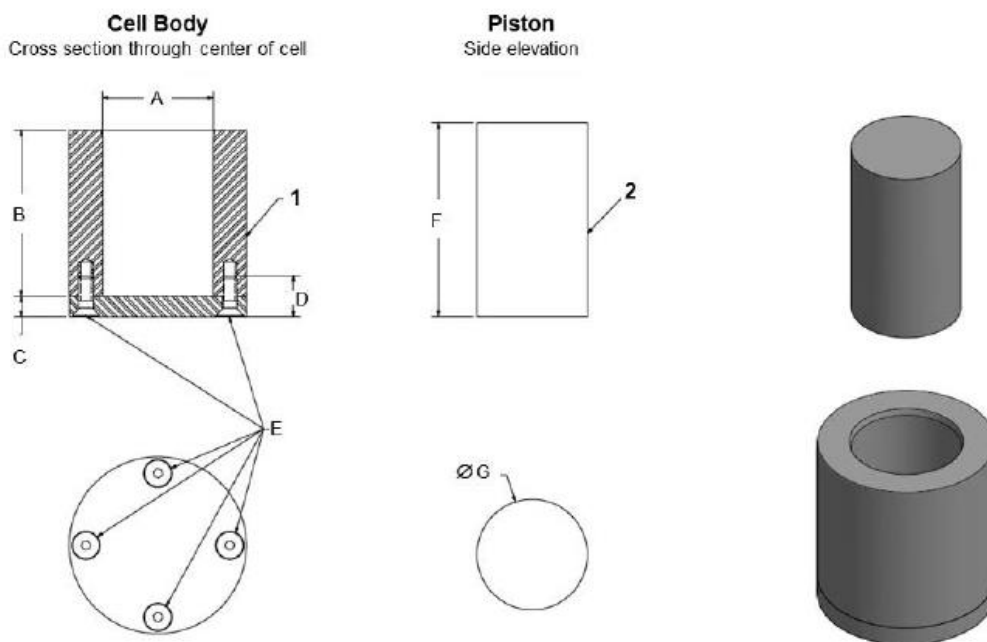
De metal; ver 4.3.3.

11.3.8 Vaso de metal o bote de pesaje

Contenedores de plástico, vidrio o papel tienden a generar carga eléctrica estática y no deben ser utilizados.

11.3.9 Dispositivo de carga de celdas de *Crush* o *Pluviator*

Con partes y accesorios listados en la Table 8; también referidas en la Figura 8, Figura 9, Figura 10, y Tabla 9. Material: acero inoxidable.



Referencias

Todas las dimensiones se encuentran en milímetros (pulgadas). Tolerancias ± 0.13 (0.005) a menos que se indique lo contrario.

1 Cuerpo de la celda; espesor mínimo de la pared 12.70 (0.50):

A Diámetro del agujero: 50.80 ± 0.03 (2.000 ± 0.001).

B Altura: 76.20 (3.00).

C Placa de la celda: espesor 0.953 (0.375); 4 orificios separados a 90° para aceptar tornillos de máquina M6 10 x 25.4 (0.25-20 x 1.00), encastrados (las cabezas de los tornillos no deben sobresalir del nivel inferior de la placa).

D Cuatro agujeros enroscados separados a 90° para aceptar tornillos de máquina M6 10 x 25.4 (0.25-20 x 1.00); profundidad 15.88 (0.625).

2 Piston:

F Altura: 88.90 (3.50).

G Diámetro: 50.67 ± 0.03 (1.995 ± 0.001).

NOTA 1 Material: Acero endurecido de dureza 60 *Rockwell* (mínimo 43 *Rockwell* de dureza).

NOTA 2 El cuerpo de la celda ensamblado y la placa de la celda se colocarán niveladas y cuadradas en la superficie de trabajo.

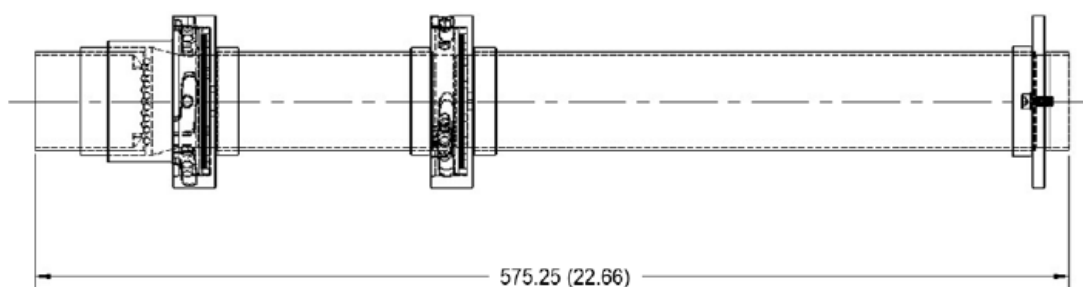
Figura 7—Diseño de la celda *crush*

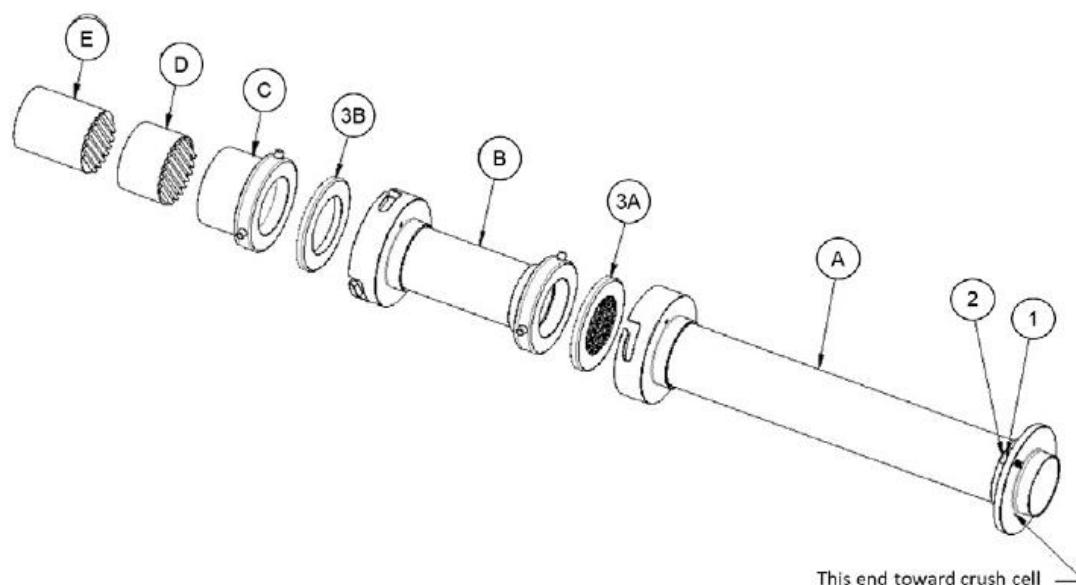
Tabla 8— Dispositivo de carga de celda (*Pluviator*), Partes, y Accesorios

Número de parte ^a	Descripción
1	Tapa rosca , hueco, acero inoxidable #10
2	Arandela de seguridad , estándar, acero inoxidable #10
3A	Malla de ensamble ^b , ASTM E11, número de tamiz estándar 5, 6, 8, 14, 18, 20 y 30
3B	Malla de ensamble ^c , ASTM E11, número de tamiz estándar 6, 8, 20, 30 y blanco
A	Tubo de ensamble , inferior
B	Tubo de ensamble , superior
C	Manguito cónico
D	Puerta de arena , hembra, inferior
E	Puerta de arena , macho, superior

a Las partes se encuentran marcadas para su identificación.
b Todas las piezas marcadas para su uso en la brida en la parte superior del tubo inferior, Tubo A
c Todas las piezas marcadas para su uso en la brida en la parte superior del tubo superior, Tubo B.

Dimensiones en milímetros (pulgadas)
Material: acero inoxidable

Figura 8—Vista del ensamble del *Pluviator*



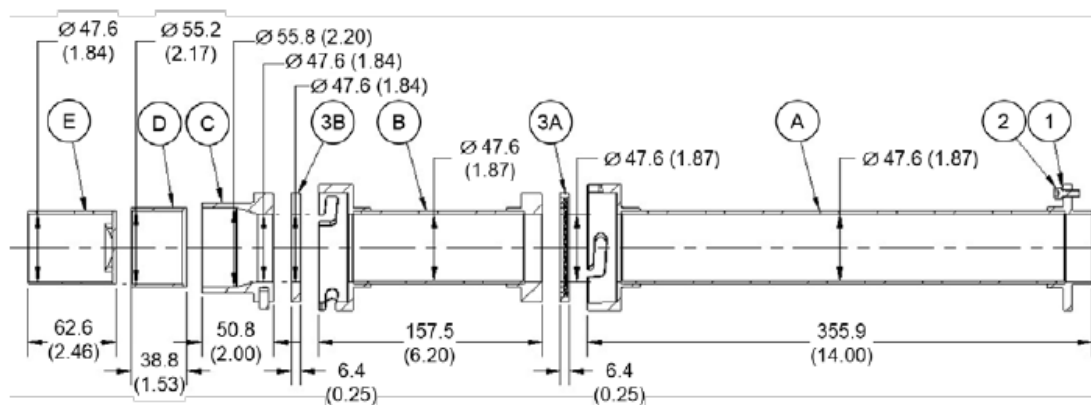
Referencias

- A Tubo de ensamblaje (inferior)
- B Tubo de ensamblaje (superior)
- C Manguito cónico
- D Puerta de arena (inferior)
- E Puerta de arena (superior)
- 3A Malla de ensamblaje
- 3B Malla de ensamblaje
- 1 Tapa rosca
- 2 Arandela de seguridad

NOTA ver Tablas 8 y 9 para la identificación de partes y accesorios.

Figura 9—Vista expandida del *Pluviator*

Dimensiones en milímetros (pulgadas)

**Referencias**

- A Tubo de ensamble (inferior)
- B Tubo de ensamble (superior)
- C Manguito cónico
- D Puerta de arena (inferior)
- E Puerta de arena (superior)
- 3A Malla de ensamble
- 3B Malla de ensamble
- 1 Tapa rosca
- 2 Arandela de seguridad

NOTA ver Tablas 8 y 9 para la identificación de partes y accesorios.

Figure 10—Vista Dimensional del Pluviator

11.4 Preparación de la Muestra

11.4.1 Utilizando el cuarteador, reducir la muestra hasta $70 \text{ g} \pm 10 \text{ g}$. Una cantidad demasiado grande de propante podría bloquear o cegar las aperturas de los tamices y sesgar el resultado.

11.4.2 Consultar la Tabla 1 y seleccionar tres tamices apropiados de la lista para el propante a ser ensayado. Los tamices a ser seleccionados son el superior y el inferior del conjunto designado más el intermedio de la lista; por ejemplo, No. 30 para un propante 20/40, No. 40 para un propante 30/50, o No. 50 para un propante 40/70. Utilizar este esquema para todos los otros tamaños. Preparar el conjunto de tamices en orden normal, colocando los tamices sobre la bandeja en orden ascendiente de tamaño de apertura de malla — aperturas pequeñas en el fondo y aperturas mayores hacia el tope. El propósito del tamiz intermedio es minimizar los efectos de cegado, que ocurre cuando una gran cantidad de propante, mayor a 35 g, descansa en un único tamiz.

11.4.3 Colocar la muestra cuarteada en el primer tamiz y cubrir con la tapa.

11.4.4 Colocar el conjunto de tamices en la tamizadora, asegurarlo adecuadamente y agitar por al menos 15 minutos. Nótese que el tiempo de tamizado es mayor que el requerido para el análisis de tamiz descrito en la Sección 6 y está diseñado para asegurar que todo el material de la bandeja sea removido de la muestra de propante antes de realizar el ensayo de *crush*.

11.4.5 Retirar el conjunto de tamices de la tamizadora y descartar todo el material retenido en el tamiz superior y en la bandeja. Sólo el material retenido en el tamiz intermedio y en el inferior debe ser utilizado en el ensayo de *crush*.

11.4.6 Determinar el peso exacto del propante a ser utilizado en el ensayo de resistencia a la compresión. El objetivo del siguiente procedimiento es determinar la cantidad de agente de

sostén, de cualquier densidad *bulk*, requerido para proveer una concentración de propante en la celda de *crush* de aproximadamente 1,953 g/cm² (4 lb/ft²) del área del pistón. Si la densidad *bulk* del propante a ser ensayado es conocida, omitir la Ecuación (14) y determinar la masa requerida. Si no es el caso, proceder como se indica a continuación:

11.4.6.1 Determinar la densidad *bulk* de la muestra de propante utilizando el procedimiento descrito en 10.3.

11.4.6.2 El área transversal de la celda de *crush* es $(\pi/4) \times (5.08 \text{ cm})^2 = 20.27 \text{ cm}^2$. La masa necesaria para lograr la concentración objetivo de propante es $1.953 \text{ g/cm}^2 \times 20.27 \text{ cm}^2 = 39.59 \text{ g}$. Utilizando una densidad *bulk* constante de 1.60 g/cm³, el volumen de arena requerido por unidad de área de pistón de la celda de carga es $39.59 \text{ g} / 1.6 \text{ g/cm}^3 = 24.7 \text{ cm}^3$.

Otros propantes con diferentes densidades *bulk* requieren diferentes masas. La masa, *m_p*, expresada en gramos, de material propante necesario para cada ensayo, al 0.01 g más cercano, es calculada de acuerdo con la Ecuación (14):

$$m_p = 24.7 \times \rho_{\text{bulk}} \quad (14)$$

Donde

24,7 es el volumen de propante requerido para un solo ensayo de *crush*, expresado en centímetros cúbicos

ρ_{bulk} es la densidad *bulk* del propante, expresada en gramos por centímetro cúbico.

11.4.6.3 Utilizando el cuarteador, reducir la muestra tamizada al valor calculado como *m_p* más no más de 5 g.

11.4.6.4 Para el material preparado en el paso 0, pesar la masa de la muestra determinada en 11.4.6.2, *m_p* al 0.01 g más cercano y reservar para el ensayo de *crush*.

11.5 Ensamblaje y montaje de la celda de *Crush* y del dispositivo de carga (*Pluviator*)

11.5.1 Utilizar un nivel de burbuja para asegurar que la superficie en la cual se cargará la celda de *crush* está nivelada. La columna del *pluviator* debe estar a un ángulo correcto respecto a la horizontal/ un plano/ el nivel superficial en la cual descansa. Una plataforma de nivelación de celdas de *crush* está disponible comercialmente.

11.5.2 Ensamblar el *pluviator* y la celda de *crush*. Chequear para estar seguro de que el *pluviator* y la celda de *crush* están actualmente nivelados en todas las direcciones, lado a lado y desde el frente hacia atrás. Ajustar si es necesario.

11.5.3 El *pluviator* está diseñado para encastrar en las celdas de *crush* más comunes, con dimensiones del agujero un poco mayores a 50.8 mm (2 pulgadas). Asegúrese que el agujero superior interno de la celda está limpio y libre de cualquier residuo u otro material extraño. Si éste no está limpio, cepille con un cepillo de alambre u otro dispositivo adecuado. Cuidadosamente encastre la intersección de la celda encajándola al final del tubo inferior A (ver Figuras 8, 9 y 10), dentro de la celda de *crush* existente. No desalinear el encastre o usar fuerza extra. El encastre debe deslizarse fácilmente dentro de la celda y, cuando esté totalmente insertada, debe rotar libremente dentro de ésta. Si el encastre se ajusta demasiado y el *pluviator* no gira fácilmente, asegúrese de que el orificio de la celda se encuentra limpio. No intente modificar la celda de *crush* o el *pluviator*; devuélvalos al fabricante para que realice los ajustes necesarios.

11.5.4 El *pluviator* debe situarse verticalmente en el tope de una celda de *crush* nivelada apropiadamente.

11.5.5 Siempre utilizar la puesta a tierra en la brida inferior. Adjuntar una tira de alambre trenzado de longitud 12–14, usando terminales de engarzado o soldadura, entre el *pluviator* y una puesta a tierra conocida. Dado que la compuerta de arena del *pluviator* puede tener fugas de propantes muy finos, siempre tener el dispositivo de carga de la celda de *crush* completamente ensamblado a la celda antes de adicionar la muestra de propante.

11.5.6 Todo trabajo con el *pluviator* debe ser realizado en una superficie de trabajo que sea lo suficientemente baja para realizar observaciones fáciles del interior de la válvula superior cuando el *pluviator* se ensambla con la celda de *crush* y se encuentren listos para realizar la carga.

11.5.7 Remover todos los granos de propante de las superficies de encastre del *pluviator* antes de ensamblarlo. Determinar los tamaños específicos de las mallas utilizando la Tabla 9, usando el tamiz superior apropiado al tamaño de grano mayor de la muestra.

Tabla 9—Tamaños de malla utilizados en el *Pluviator*

Proppant Size	Captured Wire Cloth Screens ^a		Gate Bar Diameter mm (in.)
	Upper ^b Top of Tube B	Lower ^c Top of Tube A	
70/140	30	30	3.175 (0.125)
40/70 and 40/80	18	20	
30/50 and 30/70	14	18	
20/40	8	8	
16/30 and 16/20	6	8	
16/20 and 12/18	blank	8	4.763 (0.1875) ^d
8/16	blank	5	
^a ASTM E11 standard sieves numbers.			
^b Part No. 3B.			
^c Part No. 3A.			
^d Not supplied with the current commercial pluviator device.			

NOTA: las mallas de tela metálica están marcadas con las palabras “top” y “bottom”, evidenciando la orientación de las mismas en la brida de montaje en los topes de los tubos inferior (A) y superior (B). Todas las mallas están etiquetadas como A o B para ayudar a conseguir la malla recomendada en la posición correcta. La posición correcta de las mallas en el *pluviator* está indicada en la tabla, a través de los encabezados de las columnas, con “Upper” refiriéndose a la brida superior en el tope del tubo superior (B, corto).

11.5.8 Ensamblar la malla inferior en la brida ubicada en el tope del tubo inferior (A).

11.5.9 Instalar el tubo superior (B), asegurando el bloqueo adecuado de los pasadores de la brida de bayoneta.

11.5.10 Instalar la malla superior o el marco en blanco según sea necesario en la brida superior del tubo B. Asegúrese de que la palabra “TOP” esté visible.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

11.5.11 Instalar la sección superior C (manguito cónico) en el conector de bayoneta y bloquear los pasadores en la posición correcta.

11.5.12 Probar la columna para asegurarse que el dispositivo sea estable. Si el mismo no es verticalmente estable, reemplazar la base del soporte por un objeto más adecuado.

11.5.13 Ensamblar la compuerta de arena, D y E, y girarla para asegurar que está en posición cerrada. Insertarla en la sección C.

11.6 Procedimiento—Ensayo de resistencia a la compresión (*Crush test*)

11.6.1 Chequear la compuerta del propante para asegurar que esté instalada apropiadamente y en posición cerrada. Verter la muestra previamente pesada, de una sola vez, en la parte superior de la compuerta D-E.

11.6.2 Transferir la muestra de propante dentro de la celda de *crush* levantando directamente la parte E de la compuerta de arena.

11.6.3 Retirar lentamente la parte E e inspeccionar para asegurar que toda la muestra haya salido completamente de ella y haya ingresado al *pluviator*. Remover suavemente la parte E sin sacudir el *pluviator* ensamblado. Inclinar la parte E y cepillara utilizando un cepillo de tamaño apropiado para remover cualquier grano de propante adherido. No golpear la parte E.

11.6.4 Retirar la parte D, e inspeccionarla para asegurar que todos los granos de propante adheridos hayan ingresado al *pluviator*. Cepillar los granos adheridos al tope de la columna. Inspeccionar la malla superior y cepillar los granos adheridos a ella. Si la mayoría del agente de sostén no ha podido pasar a través de la malla, seleccionar una malla alternativa y comenzar nuevamente desde el punto 0. Las mallas alternativas pueden incluir tamaños que no se muestran en la Tabla 9.

11.6.5 Continuar desarmando el *pluviator* en orden inverso a las instrucciones de montaje para asegurar que toda la muestra ha sido transferida a la celda de *crush*. Inspeccionar las secciones internas A y B del *pluviator* para asegurar que toda la muestra de propante haya salido completamente de él e ingresado a la celda de *crush*. Si algo de la muestra tamizada y pesada se ha derramado fuera de la celda de *crush*, comenzar nuevamente en el paso 0.

11.6.6 Retirar el *pluviator* de la celda de *crush* y colocarlo sobre la mesa. Asegurar visualmente que el propante está suficientemente nivelado (ausencia de puntos altos y / o bajos detectables visualmente) dentro de la celda de *crush*. Si el agente de sostén no está suficientemente nivelado, comenzar nuevamente desde el paso 0.

11.6.7 Insertar el pistón dentro de la celda de *crush* y permitir que el mismo se asiente dentro de ésta. No aplicar ninguna fuerza adicional a la gravedad. Una vez que la celda está cargada, tener precaución para evitar cualquier tipo de agitación (golpes, sacudidas), ya que esto podría modificar el empaquetamiento que existe dentro de la celda y la variación en los resultados del *crush* está asociada en gran medida con el método de carga de la celda.

11.6.8 Levantar cuidadosamente la celda y situarla directamente dentro de la prensa, centrándola debajo de la platina superior. En orden de mantener la densidad *bulk*, no agitar o sacudir la celda, ya que esto tiende a asentar el propante y cambiar el empaquetamiento de las partículas durante la aplicación del esfuerzo.

11.6.9 Los lineamientos para los niveles de esfuerzo se brindan en la Tabla 10.

Tabla 10—Lineamientos para el ensayo de propantes de varios tipos

Tipo de propante	Esfuerzo mínimo Mpa (psi)
	Mínimo
Fracturas hidráulicas	
Propantes artificiales	34.5 (5000)
Arenas naturales	13.8 (2000)
Gravel- packing	
Arenas naturales	13.8 (2000)

11.6.10 Otros niveles de esfuerzo pueden ser utilizados, a través de un acuerdo específico entre el usuario y el proveedor, para definir de manera más clara y específica el comportamiento del propante de *crush*. Determinar la fuerza, F_{tc} , expresada en newtons (libras-fuerza) requerida en la celda para alcanzar el esfuerzo prescrito utilizando la Ecuación (15):

$$F_{tc} = \frac{\pi \times \sigma \times d_{cell}^2}{4} \quad (15)$$

Donde

σ es el esfuerzo en la muestra de propante, expresada en megapascuales (libra- fuerza por pulgada cuadrada).

d_{cell} es el diámetro interno de la celda de ensayo, expresado en milímetros (pulgadas).

Con la celda de ensayo *crush* (ver 11.3.2) de un diámetro interno de 50.80 mm (2.0 in.), la fuerza F_{tc} , requerida es dada por la Ecuación (16) cuando se expresa en newtons.

$$F_{tc} = 2026.8 \times \sigma \quad (16)$$

O por la Ecuación (17) cuando F_{tc} , es expresada en libras- fuerza.

$$F_{tc} = 3.14159 \times \sigma \quad (17)$$

Donde σ es el esfuerzo en la muestra de propante, expresada en megapascuales en la Ecuación (16) o e lbf/pulgadas² en la Ecuación (17).

11.6.11 Aplicar el esfuerzo apropiado al pistón de la celda con un rango constante de 13.8 MPa (2000 psi) por minuto hasta que la presión final sea alcanzada. El tiempo de arribo al esfuerzo final debe estar dentro del 5 % del tiempo de rampa para ese esfuerzo. Si el esfuerzo dirigido se desvía en un 5 % (± 2.5 %), abortar el ensayo y empezar con una nueva muestra. Las prensas automáticas están altamente recomendadas.

11.6.12 Mantener el esfuerzo constante durante 120 ± 5 segundos.

11.6.13 Liberar el esfuerzo y remover la celda de ensayo de la prensa.

11.6.14 Transferir cuidadosamente el contenido de la celda dentro del mismo conjunto de tamices utilizado en 0. Raspar el fondo de la celda de ensayo para asegurar que la muestra fue completamente removida.

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF del Laboratorio de la Planta de Arenas

11.6.15 Colocar el conjunto de tamices dentro de la tamizadora y tamizar por al menos 15 minutos.

11.6.16 Pesar cuidadosamente todos los tamices y el fondo, m_{pan} , registrando el peso de cada fracción al 0.01 g más cercano. El peso total recuperado, m_s , es calculado sumando todas las fracciones pesadas. Si la cantidad de material retenido en el tamiz superior es superior a 0.1 g, se considera que el tamiz se encuentra cegado y la muestra y datos obtenidos deben ser descartados. En tal caso, comenzar con una nueva muestra desde 11.4 y extender el tiempo de tamizado para asegurar que se ha removido todo el material grueso. Comparar la cantidad total recuperada con el peso inicial de la muestra de *crush* y descartar los resultados si la diferencia es mayor a $\pm 0.5 \%$.

11.6.17 Utilizar la Ecuación (18) para calcular y reportar la cantidad de material roto, m'_{pan} , como un porcentaje de la masa de muestra de propante recuperada de la celda. Cada muestra de propante ensayada debe ser repetida por triplicado, bajo el mismo esfuerzo, y los resultados deben ser promediados. Si la variación absoluta entre dos réplicas cualquiera es superior a 0.5%, repetir las réplicas.

$$m'_{pan} = 100 \times \frac{m_{pan}}{m_s} \quad (18)$$

Donde:

m_{pan} es la masa de finos generada en el ensayo, expresada en gramos.

m_s es la masa de propante recuperada de la celda, expresada en gramos.

m'_{pan} es la masa de finos generada en el ensayo de *crush*, expresada en porcentaje.

11.7 Especificación—Resistencia de propantes de fractura al *Crush*

Determinar el mayor esfuerzo al cual un propante genera no más de 10.0 % de material roto y redondear este valor hacia abajo al 6.9 MPa (1000 psi) más cercano. Este valor representa el esfuerzo máximo que el material puede resistir sin exceder el 10.0 % de rotura.

Utilizando la Tabla 11, establecer el 10 % de clasificación de rotura del propante, conocido como el Valor- K, encontrando la clasificación que corresponde al máximo esfuerzo. Por ejemplo, si un propante genera 10.0 % de rotura a 33.27 MPa (4926 PSI), redondearlo para abajo, de manera tal que el *stress* máximo que el propante puede resistir sin exceder el 10.0 % será 27.6 MPa (4000 psi). Utilizando la Tabla 11, la clasificación de 10.0 % de *crush* de ese propante debe ser reportado como 4K.

Tabla 11—Tabla de Clasificación de 10 % de *Crush* para propantes de fractura

0% Crush Classification	Closure Stress	
	MPa	psi
1K	6.9	1000
2K	13.8	2000
3K	20.7	3000
4K	27.6	4000
5K	34.5	5000
6K	41.4	6000
7K	48.3	7000
8K	55.2	8000
9K	62.1	9000
10K	68.9	10,000
11K	75.8	11,000
12K	82.7	12,000
13K	89.6	13,000
14K	96.5	14,000
15K	103.4	15,000
16K	110.3	16,000
17K	117.2	17,000
18K	124.1	18,000
19K	131.0	19,000
20K	137.9	20,000

11.8 Especificación—Resistencia de propantes *Gravel-packing* al *Crush*

Una muestra de propante *gravel-packing* sometida a este ensayo no debe producir un promedio de finos que exceda los finos especificados en Tabla 12, a un esfuerzo de 13.8 MPa (2000 psi).

Tabla 12—Finos máximos para propantes *Gravel-packing*

Gravel-packing Proppant Size	Maximum Crushed Material at 13.8 MPa (2000 psi) % by weight
8/16	8.0
12/20	4.0
16/30	2.0
20/40	2.0
30/50	2.0
40/60	2.0

12 Pérdida por ignición (LOI)

12.1 Propósito

Esta prueba se utiliza para la determinación de la cantidad de material orgánico presente en el propante.

12.2 Aparatos y materiales

El siguiente equipamiento y materiales son requeridos para el ensayo de pérdida por ignición (LOI).

12.2.1 Mufla

Convencional o microondas, capaz de alcanzar al menos 927°C (1700 °F).

12.2.2 Crisoles de incineración

Cerámicos o de fibra de cuarzo, con tapas.

12.2.3 Desecador

Con agente secante estandarizado (sulfato cálcico anhidrido o *silica gel*)

12.2.4 Balanza

Analítica, con exactitud de 0.0001 g.

12.2.5 Cuarteador

Ver figura 3.

12.2.6 Pinzas de crisol o espátula

Largas.

12.3 Procedimiento

12.3.1 Pre acondicionar una serie de crisoles con tapa en la mufla precalentada a 927 °C (1700 °F) por 15 minutos. Colocar estos crisoles preacondicionados y tapas en un desecador que contenga desecantes estandarizados y permitir que se enfríen hasta temperatura ambiente. Precalentar la mufla a una temperatura mínima de 927 °C (1700 °F) es una necesidad absoluta.

12.3.2 Pesar en una balanza analítica, un crisol con tapa acondicionado. Registrar esta tara de masa, m_t , en gramos.

12.3.3 Secar la muestra de propante hasta peso constante. Utilizar el cuarteador para obtener una muestra representativa de entre 6 gr y 10 gr y colocarla en el crisol.

12.3.4 Pesar la muestra más el crisol y la tapa en la balanza. Registrar la masa, m_1 , en gramos.

12.3.5 Colocar los crisoles tapados y las muestras en la mufla a 927°C (1700 °F) utilizando una pinza o una espátula.

12.3.6 Permitir que la mufla alcance nuevamente los 927 °C (1700 °F). Esto podría tomar cierto tiempo dependiendo del tipo y la condición de la mufla.

12.3.7 Dejar las muestras en la mufla durante 2 hs (15 minutos si se utiliza una mufla tipo microondas) luego de que esta recupere una temperatura de 927 °C (1700 °F).

12.3.8 Traspasar el crisol tapado y la muestra al desecador y dejarlo enfriar hasta temperatura ambiente.

Inspeccionar el contenido del crisol ardiente. Si en el persiste cualquier residuo negro o de coloración oscura, la calcinación no se completó. Poner el crisol y la tapa con la muestra nuevamente en la mufla por al menos 30 minutos o hasta que los residuos oscuros hayan sido calcinados a cenizas de colores claros blancos- grisáceos.

12.3.9 Repesar el crisol tapado que contiene la muestra tratada térmicamente, m_f , utilizando una balanza. Registrar la masa en gramos.

12.3.10 Realizar un muestreo por triplicado para cada propante.

12.3.11 Calcular la pérdida por ignición LOI para cada muestra. Si los valores difieren más de 0.2% repetir el análisis.

Luego de que el propante sea cuidadosamente removido de los crisoles cerámicos, estos serán almacenados en un desecador.

12.3.12 Calcular la pérdida por ignición LOI, expresada en porcentaje utilizando la Ecuación (19):

$$LOI = 100 \times \frac{m_1 - m_f}{m_1 - m_t} \quad (19)$$

Donde

m_1 es la masa inicial de la muestra más el crisol y la tapa, expresada en gramos.

m_t es la masa original del crisol y la tapa, expresada en gramos.

m_f es el peso final de la muestra tratada térmicamente, el crisol y la tapa, expresada en gramos.

12.3.13 Ejemplo de cálculo de LOI:

8.8242 g m_1 , masa original de la muestra con el crisol y la tapa.

–0.8039 g (en menos), m_t , masa tarada o masa original del crisol y la tapa.

8.0203 g m , masa original de la muestra.

8.8242 g m_1 , masa original de la muestra con el crisol y la tapa.

–8.5742 g (en menos), m_t , masa de la muestra tratada térmicamente con el crisol y la tapa.

0.2500 g masa perdida.

$$LOI = 100 \times (m_1 - m_t) / (m_1 - m_t) = 100 \times 0.2500 / 8.0203 = 3.12 \%$$

Repetir este cálculo para las dos réplicas remanentes. Si alguna de ellas difiere por más de 0.2%, repetir el análisis.

Anexo A
(informativo)

ASTM E11 Tabla de tamiz

Reimpreso con permiso, desde ASTM E11-17, Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves (Especificación estándar para mallas de tamiz y tamices de ensayo), copyright ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428. Una copia del estándar completo puede ser obtenido de la página oficial de la ASTM International, www.astm.org.

Medición y especificaciones para propantes utilizados en operaciones de
fractura hidráulica y *gravel-packing*

Sieve Designation			Nominal Sieve Opening in.	±Y Variation for Average Opening mm	+X Maximum Variation for Opening mm	Resulting Maximum Individual Opening mm	Compliance Sieves		Inspection Sieves		Calibration Sieves		Typical Wire Diameter mm	Permissible Average Wire Diameter	
Standard	U.S. Supplementary Alternative	Size					Sample Openings per 100 ft²	Maximum Standard Deviation	Sample Openings per Sieve	Maximum Standard Deviation	Sample Openings per Sieve	Maximum Standard Deviation			
mm 125	5 in.		5.00	3.30	4.06	129.06	20	—	all	—	all	—	8.00	6.8	9.2
		112	4.41	2.96	3.74	116.74	20	—	all	—	all	—	8.00	6.8	9.2
106	4.24 in.		4.24	2.80	3.59	109.59	20	—	all	—	all	—	6.30	5.4	7.2
100	4 in.		4.00	2.65	3.44	103.44	20	—	all	—	all	—	6.30	5.4	7.2
90	3½ in.		3.60	2.39	3.18	93.18	20	—	all	—	all	—	6.30	5.4	7.2
		80	3.15	2.13	2.91	82.91	20	—	all	—	all	—	6.30	5.4	7.2
75	3 in.		3.00	2.00	2.78	77.78	20	—	all	—	all	—	6.30	5.4	7.2
		71	2.80	1.89	2.67	73.67	20	—	all	—	all	—	5.60	4.8	6.4
63	2½ in.		2.50	1.69	2.44	65.44	20	—	all	—	all	—	5.60	4.8	6.4
		56	2.20	1.60	2.24	58.24	20	—	all	—	all	—	5.00	4.3	5.8
53	2 12 in.		2.12	1.42	2.16	55.15	20	—	all	—	all	—	5.00	4.3	5.8
50	2 in.		2.00	1.34	2.06	52.06	20	—	all	—	all	—	5.00	4.3	5.8
45	1¾ in.		1.75	1.21	1.91	46.91	20	—	all	—	all	—	4.50	3.8	5.2
		40	1.57	1.08	1.75	41.75	20	—	all	—	all	—	4.50	3.8	5.2
37.5	1½ in.		1.50	1.01	1.67	39.17	20	1.103	all	—	all	—	4.50	3.8	5.2
		36.5	1.40	0.951	1.60	37.10	20	1.035	all	—	all	—	4.00	3.4	4.6
31.5	1¼ in.		1.25	0.855	1.47	32.97	20	0.907	all	—	all	—	4.00	3.4	4.6
26.5	1.06 in.		1.10	0.762	1.36	29.35	20	0.802	all	—	all	—	3.55	3.0	4.1
25	1.00 in.		1.06	0.732	1.29	27.79	20	0.753	all	—	all	—	3.55	3.0	4.1
22.4	7⁄8 in.		1.00	0.692	1.24	26.24	20	0.715	all	—	all	—	3.55	3.0	4.1
		20	0.875	0.613	1.14	23.54	150	0.641	15	0.431	90	0.480	3.55	3.0	4.1
19	¾ in.		0.750	0.522	1.01	20.01	150	0.543	15	0.387	90	0.413	3.15	2.7	3.6
		18	0.709	0.495	0.97	18.97	150	0.521	15	0.368	90	0.393	3.15	2.7	3.6
16	5⁄8 in.		0.625	0.441	0.89	16.89	150	0.467	15	0.314	90	0.335	3.15	2.7	3.6
		14	0.551	0.397	0.81	14.81	150	0.414	15	0.278	90	0.297	2.80	2.4	3.2
13.2	0.530 in.		0.530	0.365	0.78	13.98	150	0.393	15	0.264	90	0.282	2.80	2.4	3.2
12.5	½ in.		0.500	0.346	0.75	13.25	150	0.374	15	0.251	90	0.268	2.50	2.1	2.9
11.2	7⁄16 in.		0.438	0.311	0.69	11.89	150	0.340	15	0.229	90	0.244	2.50	2.1	2.9
		10	0.375	0.270	0.64	10.64	150	0.309	15	0.207	90	0.221	2.50	2.1	2.9
9.5	3⁄8 in.		0.375	0.265	0.61	10.11	150	0.284	15	0.198	90	0.211	2.24	1.9	2.6
		9	0.354	0.251	0.59	9.59	150	0.281	15	0.189	90	0.202	2.24	1.9	2.6
8	5⁄16 in.		0.312	0.224	0.54	8.54	150	0.254	15	0.171	90	0.182	2.00	1.7	2.3
		7.1	0.280	0.200	0.50	7.50	150	0.230	15	0.155	90	0.165	1.80	1.5	2.1
6.7	0.265 in.		0.265	0.199	0.48	7.18	150	0.219	15	0.147	90	0.157	1.80	1.5	2.1
6.3	¼ in.		0.250	0.178	0.46	6.76	150	0.208	15	0.140	90	0.149	1.80	1.5	2.1
5.6	No. 3½		0.223	0.159	0.42	6.02	150	0.189	15	0.127	90	0.135	1.60	1.3	1.9
		5	0.197	0.142	0.39	5.39	150	0.172	15	0.116	90	0.123	1.60	1.3	1.9
4.75	No. 4		0.187	0.135	0.37	5.12	150	0.165	15	0.111	90	0.118	1.60	1.3	1.9
		4.5	0.177	0.129	0.36	4.96	150	0.153	15	0.106	90	0.113	1.40	1.2	1.7
4	No. 5		0.157	0.114	0.33	4.33	150	0.143	15	0.096	90	0.103	1.40	1.2	1.7
		3.65	0.140	0.102	0.30	3.95	200	0.130	20	0.092	40	0.097	1.25	1.05	1.50
3.35	No. 6		0.132	0.096	0.29	3.64	200	0.125	20	0.088	40	0.093	1.25	1.05	1.50
		3.15	0.124	0.091	0.28	3.43	200	0.119	20	0.084	40	0.089	1.25	1.05	1.50
2.8	No. 7		0.110	0.091	0.26	3.06	200	0.103	20	0.076	40	0.081	1.12	0.95	1.30
		2.5	0.094	0.073	0.24	2.74	200	0.099	20	0.070	40	0.074	1.00	0.85	1.15
2.36	No. 8		0.0937	0.069	0.23	2.59	200	0.095	20	0.067	40	0.071	1.00	0.85	1.15
		2.24	0.0892	0.066	0.22	2.46	200	0.091	20	0.064	40	0.068	0.90	0.77	1.04
2	No. 10		0.0787	0.059	0.20	2.20	250	0.083	25	0.050	50	0.064	0.90	0.77	1.04
		1.8	0.0709	0.053	0.19	1.99	250	0.077	25	0.046	50	0.059	0.80	0.68	0.92
1.7	No. 12		0.0661	0.050	0.18	1.98	250	0.074	25	0.041	50	0.057	0.80	0.68	0.92

Esta traducción ha sido realizada en mayo del 2020, para uso exclusivo del personal de YPF
del Laboratorio de la Planta de Arenas

Sieve Designation		Nominal Sieve Opening	±Y Variation for Average Opening	+X Maximum Variation for Opening	Resulting Maximum Individual Opening	Compliance Sieves		Inspection Sieves		Calibration Sieves		Typical Wire Diameter	Permissible Average Wire Diameter	
Standard	U.S. Supplementary Alternative					Sample Openings per 100 m ²	Maximum Standard Deviation	Sample Openings per Sieve	Maximum Standard Deviation	Sample Openings per Sieve	Maximum Standard Deviation		Min	Max
1.4	No. 14	1.6	0.0630	0.17	1.77	250	0.070	25	0.051	50	0.064	0.80	0.68	0.92
		µm	µm	µm	µm							mm		
		in.												
850	No. 20	900	0.0354	0.18	1.018	400	0.051	40	0.032	80	0.051	0.500	0.43	0.58
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
710	No. 25	800	0.0315	0.14	0.964	400	0.046	40	0.037	80	0.046	0.500	0.43	0.58
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
600	No. 30	630	0.0278	0.11	0.811	500	0.041	50	0.032	100	0.041	0.450	0.38	0.52
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
500	No. 36	560	0.0249	0.10	0.723	500	0.036	50	0.027	100	0.036	0.400	0.34	0.46
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
425	No. 40	475	0.0220	0.09	0.691	500	0.032	50	0.023	100	0.032	0.355	0.30	0.41
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
355	No. 45	425	0.0197	0.08	0.600	600	0.029	60	0.021	120	0.029	0.315	0.27	0.36
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
300	No. 50	355	0.0177	0.07	0.525	600	0.026	60	0.019	120	0.026	0.280	0.24	0.32
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
250	No. 60	250	0.0157	0.06	0.498	600	0.023	60	0.016	120	0.023	0.250	0.21	0.29
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
212	No. 70	212	0.0139	0.05	0.420	800	0.020	80	0.013	160	0.020	0.224	0.19	0.26
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
180	No. 80	180	0.0124	0.04	0.375	800	0.018	80	0.011	160	0.018	0.200	0.17	0.23
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
150	No. 100	150	0.0110	0.04	0.356	800	0.016	80	0.010	160	0.016	0.180	0.15	0.21
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
125	No. 120	125	0.0098	0.03	0.302	900	0.014	90	0.009	180	0.014	0.160	0.13	0.19
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
106	No. 140	106	0.0088	0.03	0.289	900	0.013	90	0.008	180	0.013	0.150	0.12	0.17
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
90	No. 170	90	0.0079	0.03	0.265	1000	0.012	100	0.007	200	0.012	0.140	0.11	0.15
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
75	No. 200	75	0.0071	0.03	0.246	1000	0.011	100	0.006	200	0.011	0.125	0.10	0.14
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
63	No. 230	63	0.0063	0.03	0.223	1000	0.010	100	0.005	200	0.010	0.112	0.09	0.13
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
53	No. 270	53	0.0059	0.03	0.200	1000	0.009	100	0.004	200	0.009	0.106	0.08	0.12
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
45	No. 325	45	0.0050	0.03	0.188	1000	0.008	100	0.003	200	0.008	0.100	0.08	0.11
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
38	No. 400	38	0.0047	0.03	0.177	1000	0.007	100	0.002	200	0.007	0.090	0.07	0.10
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
32	No. 450	32	0.0042	0.03	0.165	1000	0.006	100	0.002	200	0.006	0.080	0.06	0.09
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
25	No. 500	25	0.0039	0.03	0.153	1000	0.005	100	0.002	200	0.005	0.071	0.05	0.08
		µm	µm	µm	µm									
		in.												
20	No. 635	20	0.0036	0.03	0.144	1000	0.004	100	0.002	200	0.004	0.063	0.04	0.07
		µm	µm	µm	µm									
		in.												

^a Column 3—These numbers are only approximate but are in use for reference; the sieve shall be identified by the standard designation in millimetres or micrometres.

^b Columns 9 and 11—See Annex A1, which specifies that all openings will be inspected for test sieves having 15 openings or less.

^c Columns 9 and 11—These numbers of sample openings are based on an 8-in. diameter test sieve.

Bibliografía

- [1] ISO 13503-2:2006/API RP-19C, *Petroleum and natural gas industries -- Completion fluids and materials -- Part 2: Measurement of Properties of Proppants Used in Hydraulic Fracturing and Gravel-packing Operations*, First Edition, International Organization for Standardization, Geneva, 2006.
- [2] ISO 13503-2:2006/AMD 1:2009/, *Petroleum and natural gas industries -- Completion fluids and materials -- Part 2: Measurement of Properties of Proppants Used in Hydraulic Fracturing and Gravel-packing Operations*, First Edition, Amendment 1, International Organization for Standardization, Geneva, 2009.
- [3] API RP-56, *Recommended Practices for Testing Sand Used in Hydraulic Fracturing Operations*, Second Edition, American Petroleum Institute, Washington, D.C., 1995 (Withdrawn).
- [4] API RP-58, *Recommended Practices for Testing Sand Used in Gravel-packing Operations*, Second Edition, American Petroleum Institute, Washington, D.C., 1995 (Withdrawn).
- [5] API RP-60, *Recommended Practices for Testing High Strength Proppants Used in Hydraulic Fracturing*, Second Edition, American Petroleum Institute, Washington, D.C., 1995 (Withdrawn).
- [6] ANSI B74.4, *Bulk Density of Abrasive Grains*, American National Standards Institute, New York, 1992.
- [7] ASTM C188-09, *Standard Test Method for Density of Hydraulic Cement*, ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, 2009.
- [8] ASTM E11-13, *Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves*, ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, 2013.
- [9] Krumbein, W. C. and Pettijohn, F. J.: *Manual of Sedimentary Petrography*, Appleton-Century, New York, 1938.
- [10] Krumbein, W. C. and Sloss, L. L.: *Stratigraphy and Sedimentation*, 2nd edition, W. H. Freeman and Company, San Francisco (1963), p. 63.
- [11] Conway, M. W., et. al.: "Apparatus and Method for Measuring Crush-Resistance of Granular Materials," U.S. Patent No. 7,562,583, assigned to Stim-Lab, Inc., Duncan, 2009.
- [12] *Handbook of Chemistry and Physics*, 66th Edition, CRC Press Inc., Boca Raton, Florida, 1985–1986.